Fisher Bioblock Scientific
Parc d'innovation - BP 50111 - F67403 illkirch cedex

France
tél 03 88 67 14 14
fax 03 88 67 11 68
email infos@bioblock.fr
www.bioblock.com

Belgique / België
tél 056 260 260
fax 056 260 270
email belgium@bioblock.com
www.bioblock.be

España
tfno 91 515 92 34
fax 91 515 92 35
email ventas@bioblock.com
www.es.fishersci.com

Bedienungsanleitung
Gefriertrocknungsanlage

ALPHA 1-2 LDplus

Best.-Nr. 101521

Ausgabe 12.2005 - Deutsch

Bedienungsanleitung

ALPHA 1-2 LD_{plus}

Auftrags-Nummer:

Fabrik-Nummer:

Bei einer Rückfrage bitten wir um Bekanntgabe der vorstehenden Nummern.

Vorwort

Sehr geehrter Kunde,

wir beglückwünschen Sie zur Anschaffung einer **CHRIST-**Gefriertrocknungsanlage.

Die Gefriertrocknungsanlage **ALPHA1-2 LD_{plus}** ist mit zahlreichen anwenderfreundlichen Eigenschaften ausgestattet, die Ihnen die Handhabung erleichtern.

Die neu konzipierte **ALPHA 1-2 LD_{plus}** ist eine universell einsetzbare CHRIST-Gefriertrocknungsanlage für Laboratorien, F&E-Abteilungen und wissenschaftliche Institute. Das praxisbewährte Zubehörprogramm ermöglicht applikationsorientierte Gerätekonfigurationen für nahezu alle Anwendungen zur Trocknung in Rundkolben, Schalen, Ampullen, Injektions-Fläschchen etc.

Ein besonderer Vorteil liegt in der einfachen und intuitiven Anlagenbedienung mit der neu entwickelten Steuerung LD_{plus} (Lyo–Display-plus):

- Übersichtliches Grafik-LC-Display mit Darstellung der wichtigsten Prozessdaten (Eiskondensatortemperatur, Prozesszeit, Abschnittszeit und Vakuum)
- komfortable und intuitive Menüführung in den Sprachen Deutsch, Englisch und Französisch
- Umrechnung von Produkttemperatur und Vakuum gemäß der Dampfdruckkurve über Eis
- RS-232 Kommunikations-Schnittstelle (PC), als Option erhältlich
- nachträglich mögliche Installation einer Vakuumregelung durch den Einsatz eines Drucksteuerventils und einer Vakuummesssonde (beides als Zubehör erhältlich)

Damit ist es uns gelungen, Ihnen eine Gefriertrocknungsanlage anbieten zu können, die Funktionalität mit praktischer Anwendung verbindet.

Wir bedanken uns für Ihr Vertrauen und wünschen Ihnen eine erfolgreiche Arbeit mit Ihrer Gefriertrocknungsanlage.

Inhalt

1. Allgemeine Information 1

1.1. Einleitung 1
1.2. Anwendungsgebiet 2
1.3. Technische Daten der Gefriertrocknungsanlage ALPHA 1- 2 LD_{plus} 3
1.4. Normen und Vorschriften 6
1.5. Sicherheitshinweise 6
1.5.1. ACHTUNG! Netzstecker ziehen! 6
1.5.2. ACHTUNG! Lösungsmittel! 6
1.5.3. HINWEIS! Reinigung und Pflege der Anlage! 6
1.5.4. ACHTUNG! Festfrieren von Gliedmaßen! 7
1.5.5. HINWEIS! Transporthinweis! 7
1.6. Unzulässige Gefriertrocknungsvorgänge 8

2. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung 9

2.1. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung 9
2.2. Vorbereitung 12
2.3. Gefrieren 12
2.4. Haupttrocknen 13
2.5. Nachtrocknen 17
2.6. Trocknungsende und Belüften 18
2.7. Abtauen 19

3. Beschreibung der Gefriertrocknungsverfahren 21

3.1. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) auf Stellflächen 21
3.2. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) mit Verschlussvorrichtung 22
3.3. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Kolben (Verfahren B) 23
3.4. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Ampullen (Verfahren B) 24

4. Aufstellung und Inbetriebnahme 27

4.1. Aufstellungsort 27
4.2. Netzanschluss 28
4.3. Sicherung bauseits 28
4.4. Schutzleiterprüfung 28
4.5. Belüftung 28
4.6. Kondensat- und Abtauwasser 28
4.7. Vakuumpumpenabgase 29

4.8. Erste Inbetriebnahme 29
4.8.1. Funktions- und Bedienelemente 30
4.8.2. Anschluss von Vakuumpumpe und Installation von Zubehörkomponenten 31
4.8.3. Einschalten 36

5. LDplus Anlagensteuerung 37

5.1. Einleitung 37
5.2. Das LDplus Bedienerpanel 37
5.3. Kurzübersicht – Bedienung 38
5.4. Visuelle Komponenten der LDplus Anlagensteuerung 39
5.4.1. Hauptfenster 39
5.4.2. Statuszeile 39
5.4.3. Softkey Funktion 40
5.5. Wertefenster 41
5.6. Modus 42
5.6.1. Trocknungsprozess beginnen 42
5.6.2. Phase wechseln 42
5.6.3. Zeitgeber 43
5.7. Hauptmenü 43
5.7.1. Sollwerte ändern 44
5.7.2. Sonderfunktionen 45
5.7.3. Prozess- & Anlagen Info 45
5.7.4. Optionen 45
5.7.5. Tutorial 47
5.8. Prozess- & Anlagen Info 47
5.8.1. Status der Information 48
5.9. LDplus Sonderfunktionen 48
5.9.1. Eiskondensator Abtauen (optional) 48
5.9.2. Elektrische Hebevorrichtung (optional) 49

6. Hinweise bei Betriebsstörungen 51

6.1. Stromausfall 51
6.2. Kein ausreichendes Vakuum 51
6.3. Anlage zeigt keine Funktion 53
6.4. Keine ausreichende Eiskondensatortemperatur 53
6.5. Prozess- & Anlagen Info 54
6.5.1. Fehlermeldungen 54

7. Wartung und Pflege 57

7.1. Eiskondensatorkammer 57
7.2. Wärmetauscher 57
7.3. Abgleich und Wartung der Vakuummesssonde VSP62 58
7.3.1. Wartung der Vakuummesssonde 58
7.3.2. Austausch und Abgleich 58
7.4. Gummiventile 60
7.5. Vakuumpumpe 60
7.6. Auspufffilter 60
7.7. Reinigung 61
7.7.1. Reinigung der Gefriertrocknungsanlage 61
7.7.2. Reinigung von Zubehör 61

7.7.3. Pflege des Belüftungsventils und des Ablassventils 62
7.7.4. Desinfektion von Trocknungskammer, Deckel und Zubehör 62
7.7.5. Prüfungen durch den Benutzer 63

8. Optionen 65

8.1. Prozessleitsystem LPC-32, Software....65
8.2. Prozessleitsystem LPC-32, Software mit PC-Hardware....65
8.3. LyoLog LL-1 (Dokumentationssoftware)....65
8.4. LDplus Simulationstool (Trainingssoftware)....65

9. Anlagen 67

10. Sonderfunktionen 83

1. Allgemeine Information

1.1. Einleitung

Was bedeutet Gefriertrocknung (Lyophilisation)?

Gefriertrocknung heißt: Wasserentzug aus gefrorenem Material. Die Trocknung erfolgt dabei unter Umgehung des flüssigen Aggregatzustandes durch Sublimation; d. h. direkte Überführung von Eis in Dampf. Dies geschieht unter Vakuum, wobei in dem eingebrachten Gut in der Regel Temperaturen tiefer als -10°C herrschen.

Das Ziel der Gefriertrocknung ist, ein sehr leicht wasserlösliches Produkt zu erhalten, das nach Hinzufügen von Wasser die Eigenschaften des Ausgangsgutes unverändert aufweist.

Da die Trocknung im gefrorenen Zustand bei sehr niedrigen Temperaturen erfolgt, gelingt es z. B. Eiweiße zu trocknen, die dabei nicht denaturieren. Auch die meisten übrigen chemischen Verbindungen bleiben qualitativ und quantitativ unverändert.

Durch die Gefriertrocknung wird das Gut, vorwiegend biologischen Ursprungs - Gewebe, Gewebeextrakte, Bakterien, Impfstoffe und Seren - in eine Trockenform überführt. Bei diesem Prozess entfallen weitgehend enzymatische, bakterielle und chemische Veränderungen.

Es kann gesagt werden, dass die Gefriertrocknung das schonendste Verfahren zur Konservierung der biologischen Eigenschaften empfindlicher Gewebe und Gewebebestandteile ist.

Auch wenn bei der Trocknung anorganischer Materialien, beispielsweise nanoskaliger Dispersionen, die Teilchenoberfläche unverändert bleiben soll, ist die Lyophilisation die Methode der Wahl.

1.2. Anwendungsgebiet

Die Gefriertrocknungsanlage **ALPHA 1-2 LD_{plus}** ist eine leistungsfähige, universell verwendbare Labor- und Technikumsanlage zur Gefriertrocknung von festem oder flüssigem Ausgangsgut in Ampullen, Fläschchen, Glaskolben, Plasmaflaschen oder Schalen. Es können die folgenden Verfahrensschritte in der Anlage durchgeführt werden:

- Einfrieren (ungeregelte Stellflächentemperatur)[1]
- Gefriertrocknung (Sublimation) der Produkte nach beliebig vorgewählten Temperatur- und Druckgrenzwerten
- Nachtrocknen der Produkte bei hohem Endvakuum zur Entfernung des kapillar und molekular gebundenen Wassers.

Die Gefriertrocknungsanlage **ALPHA 1-2 LD_{plus}** ist geeignet für die Gefriertrocknung von z. B. Bakterien und Viruskulturen, Blutplasma, Serumfraktionen, Antikörpern, Seren, Impfstoffen und pharmazeutischen Produkten wie Chloramphenicol, Streptomycin, Vitaminen, Fermenten, sowie Pflanzenextrakten für biochemische Untersuchungen.

[1] Erfolgt üblicherweise separat in einer Tiefkühltruhe

1.3. Technische Daten der Gefriertrocknungsanlage ALPHA 1- 2 LD_{plus}

	ALPHA 1-2 LD_{plus}
Leistungsdaten	
Eiskondensatorkapazität	max. 2,5kg
Eiskondensatorleistung[1)]	max. 2kg/24h
Eiskondensator-temperatur[1)]	ca. –55°C
Max. Stellfläche bei Trocknung außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B):	3 Stellflächen, Ø200 A_{ges} 0,092m^2 Abstand: bis 80mm mit Zubehör-Nr. 120893
Max. Stellfläche bei Trocknung in Penicillinfläschchen (Glasvials) mit Verschließen unter Vakuum oder Stickstoffatmosphäre außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B):	2 Stellflächen, Ø200 A_{ges} 0,054m^2 Abstand: 25-70mm mit Zubehör-Nr. 121015
Trocknung in Rundkolben, max. Eiskondensatorleistung von 2kg beachten (Verfahren B):	8 Stück, mit Zubehör-Nr. 121450
Physikalische Daten (ohne Vakuumpumpe):	
Abmessungen der Anlage:	Breite: 315mm Höhe: 345mm Tiefe: 460mm (inkl. Vakuum-flanschanschluss)

	ALPHA 1-2 LD$_{plus}$
Gewicht:	ca.28kg
Geräuschpegel nach DIN 45635:	49 dB(A)
Funkentstört gemäß EN 55011	Klasse B
Füllmengen:	
Kältemittel:	siehe Anlagenrückwand
Anschlussdaten mit Vakuumpumpe 0,4KVA:	
Elektrischer Anschluss:	230V / 50-60Hz (andere Anschlusswerte auf Anfrage)
Leistungsaufnahme:	1,2kVA
Max. Stromaufnahme:	5A
Absicherung:	6A
Umgebungstemperatur:	Klimaklasse: SN +10°C bis +32°C (höhere Temperatur auf Anfrage)
Betriebsmittel-anschlüsse:	
Vakuumanschluss:	Kleinflanschverbindung DN 25KF (ISO 28403,DIN 2861)

	ALPHA 1-2 LD$_{plus}$
Ablassventil:	Schlauchtülle DN10 (Außendurchmesser 12mm)
Belüftungsventil:	Schlauchtülle DN4 (Außendurchmesser 8mm)

[1)] Alle angegebenen Werte (insbesondere Temperaturen, Leistung und Kapazität) beziehen sich auf die Nominal-Umgebungstemperatur +20°

Zum Lieferumfang gehören:

- 1 Tube Hochvakuumfett
- 1 Liter Vakuumpumpenöl (nur bei mitgelieferter Pumpe)
- 0,5m Ablassschlauch (Silikon 9x12mm)
- 1 Bedienungsanleitung sowie ausführliche technische Unterlagen

Nicht zu unserem Lieferumfang gehören:

- Die Inbetriebnahme (innerhalb der Bundesrepublik Deutschland) wird auf Wunsch gegen Berechnung nach Aufwand durchgeführt.
- Die Verlegung der Auspuffleitung der Vakuumpumpe (nicht erforderlich bei Verwendung eines Auspufffilters)

1.4. Normen und Vorschriften

Beachten sie bitte die beiliegende EG-Konformitätserklärung

1.5. Sicherheitshinweise

1.5.1. ACHTUNG! Netzstecker ziehen!

Da in der Anlage unter Spannung stehende Teile zugänglich sind, muss vor dem Öffnen der Seitenverkleidungen oder vor Entfernen des Bedienpultes der Netzstecker gezogen werden.

Für Wartungsarbeiten ist die Anlage mit dem Netzschalter auszuschalten.

1.5.2. ACHTUNG! Lösungsmittel!

Ausgangsgut mit z. B. hoher Lösungsmittelkonzentration oder säurehaltiges Gut können nicht ohne besondere Schutzmaßnahmen und apparative Vorkehrungen, wie z. B. Kühlfalle zum Schutz der Vakuumpumpe getrocknet werden (ggf. Rückfrage im Werk). Das Gerät kann auch durch Korrosion beschädigt werden.

Besondere Vorsicht ist bei der Handhabung mit Aziden geboten, da sich in Verbindung mit Kupfer oder Buntmetallen ein gefährlicher Sprengstoff bildet! Eine Rückfrage im Werk ist unbedingt erforderlich!

1.5.3. HINWEIS! Reinigung und Pflege der Anlage!

Bei infektiösen, toxischen, pathogenen und radioaktiven Substanzen sind die Gefahrenhinweise der zugehörigen Sicherheitsvorschriften zu beachten.

1.5.4. ACHTUNG! Festfrieren von Gliedmaßen!

Während des Betriebes der Gefriertrocknungsanlage kann es zu gefährlichen Situationen in der Eiskondensatorkammer kommen. Beim Einsetzen der Stellflächen ist darauf zu achten, dass die Gliedmaßen nicht mit dem Eiskondensator in der Eiskondensatorkammer in Berührung kommen, da sonst das Gliedmaß dort anfrieren kann. Ein Ablösen des Gliedmaßes ist nur unter Zuführung von Wärme möglich. Es sollte jedoch keine Flüssigkeit verwendet werden.

1.5.5. HINWEIS! Transporthinweis!

Bitte bewahren Sie die Verpackung für evtl. späteren Versand auf.

Die Anlage sollte von zwei Person durch seitliches Unterfassen transportiert werden.

ACHTUNG: Zum Transport oder zum Aufstellen der Anlage nicht am Kunststoff-Bedienpult angreifen. Beim Absetzen der Anlage auf die Tischfläche ist die Gefahr des Einklemmens der Hand/Finger zu beachten.

FALSCH

RICHTIG

1.6. Unzulässige Gefriertrocknungsvorgänge

1. Betrieb der nicht fachgerecht installierten Gefriertrocknungsanlage.
2. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit abgenommener Verkleidung.
3. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage durch nicht autorisiertes Personal.
4. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit nicht ordnungsgemäß eingesetzten Stellflächen.
5. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit stark korrodierenden Substanzen. Diese dürfen nicht oder nur unter besonderen Vorsichtsmaßnahmen getrocknet werden. Diese dürfen keine Materialschäden verursachen und die mechanische Festigkeit der Eiskondensatorkammer, der Trocknungskammer, des Deckels sowie des Zubehörs nicht beeinträchtigen.
6. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit Zubehörteilen, die nicht vom Hersteller zugelassen sind, mit Ausnahme handelsüblicher Gefriertrocknungsgefäße aus Glas oder Kunststoff. Vor der Benutzung minderwertiger Handelsware wird ausdrücklich gewarnt. Glasbruch oder platzende Gefäße können beim Gefriertrocknen gefährliche Zustände erzeugen.
7. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage in explosionsgefährdeten Räumen.
8. Während des Betriebes darf die Gefriertrocknungsanlage nicht angestoßen oder bewegt werden. Anlehnen oder Abstützen an der Gefriertrocknungsanlage ist unzulässig.
9. Kein potentiell gefährliches Material, z. B. Glasgefäße mit Flüssigkeiten, in der Nähe der Gefriertrocknungsanlage abstellen.
10. Gefriertrockengut, das unter Zuführung hoher Energie während des Gefriertrocknens reagieren könnte, darf nicht getrocknet werden.
11. Keine explosiven oder leicht brennbaren Substanzen gefriertrocknen.
12. Infektiöse, toxische, pathogene und radioaktive Substanzen dürfen nur in dafür geeigneten Gefäßen getrocknet werden.

2. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung

2.1. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung

Die Gefriertrocknung ist die produktschonenste Methode, Materialien zu trocknen. Dabei wird das physikalische Phänomen der Sublimation ausgenutzt, d.h. der direkte Übergang vom festen in den gasförmigen Zustand. Zum Trocknen wird das gefrorene Produkt in die Vakuum-Trocknungskammer eingebracht. Die unter Vakuum bei der Trocknung ausgetriebene Feuchtigkeit wird an dem sehr kalten Eiskondensator angefroren, weshalb der Eiskondensator auch als Dampfpumpe bezeichnet werden kann. Daraus ergibt sich, dass die Vakuumpumpe nur die Aufgabe hat, die Luft aus der Trocknungskammer zu entfernen, nicht aber den ausgetriebenen Dampf abzupumpen (=Gaspumpe). Um den Sublimationsprozess in Gang zu setzen, muss dem Produkt Energie zugeführt werden. Dies erfolgt bei der Trocknung in Rundkolben, Weithalsflaschen, etc. durch die sehr viel wärmere Umgebung (direkte Kontaktwärme), bei unbeheizten Stellflächen durch Wärmeeinstrahlung aus der Umgebung und bei temperierbaren Stellflächen direkt durch die Stellflächen. Ist dem Produkt das "freie Wasser" vollständig entzogen, kann man durch ein sehr tiefes Vakuum auch noch das in Spuren enthaltene, adsorptiv gebundene Wasser entziehen. Dieser Teil des Trocknungsprozesses wird als Nachtrocknung (Desorption) bezeichnet.

Die Grundkomponenten einer Gefriertrocknungsanlage sind:

- Vakuum-Trocknungskammer mit Temperiereinrichtung
  a) beheizbare[2] bzw. unbeheizbare Stellflächen zum Trocknen in Schalen
  b) Stellflächen mit Verschlussvorrichtung zum Trocknen in Fläschchen
  c) Gummiventile zum Anschluss von Rundkolben,

[2] Beheizbare (geregelte) Stellflächen sind nur mit LSC-Anlagensteuerung möglich.

Weithalsflaschen, etc.

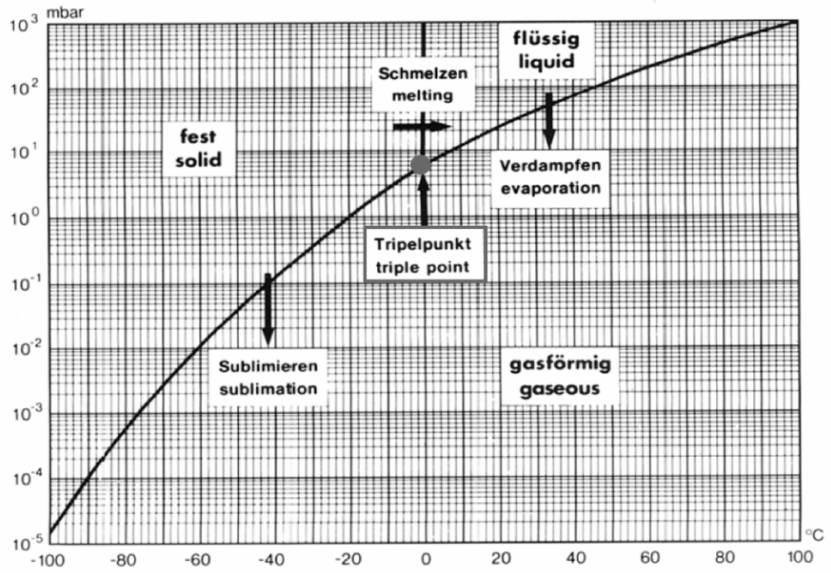
d) Trockenrechen zum Anschluss von Rundkolben, Weithalsflaschen, etc.

- Pumpeinrichtung zum Absaugen von Wasserdampf und Luft
  a) Vakuumpumpe zum Absaugen der Luft aus der Trocknungskammer
  (=Gaspumpe)
  b) Eiskondensator mit Temperaturen von -50°C bis -105°C (je nach Anlagentyp) zum Absaugen des Wasserdampf aus der Kammer
  (= Dampfpumpe)

Sublimation

Es soll das Prinzip der Sublimation kurz anhand der Zustandskurve von Wasser erklärt werden (Gefriertrocknung hauptsächlich wässriger Lösungen, siehe Dampfdruckkurve). Ist der Druck höher als 6,11 mbar, durchläuft das Wasser alle drei Zustände (fest, flüssig, gasförmig) bei der Temperaturerhöhung bzw. Erniedrigung. Bei 6,11 mbar treffen Schmelzdruckkurve, Dampfdruckkurve und Sublimationsdruckkurve in einem Punkt, dem Tripelpunkt zusammen. In diesem Punkt treten alle drei Zustände nebeneinander (gleichzeitig) auf. Unterhalb dieses Punktes, d.h. der Druck ist kleiner als 6,11 mbar, geht das Wasser bei Erreichen der Sublimationsdruckkurve (Dampfdruckkurve über Eis) direkt vom festen in den gasförmigen Zustand über.

Dampfdruckkurve für Eis und Wasser



Umrechnungstabelle "Dampfdruck über Eis" (Sublimationskurve)
1mbar = 10^2Pa = 1hPa

°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar
0	6,110	-20	1,030	-40	0,120	-60	0,011
-1	5,620	-21	0,940	-41	0,110	-61	0,009
-2	5,170	-22	0,850	-42	0,100	-62	0,008
-3	4,760	-23	0,770	-43	0,090	-63	0,007
-4	4,370	-24	0,700	-44	0,080	-64	0,006
-5	4,020	-25	0,630	-45	0,070	-65	0,0054
-6	3,690	-26	0,570	-46	0,060	-66	0,0047
-7	3,380	-27	0,520	-47	0,055	-67	0,0041
-8	3,010	-28	0,470	-48	0,050	-68	0,0035
-9	2,840	-29	0,420	-49	0,045	-69	0,0030
-10	2,560	-30	0,370	-50	0,040	-70	0,0026
-11	2,380	-31	0,340	-51	0,035	-71	0,0023
-11	2,170	-32	0,310	-52	0,030	-72	0,0019
-13	1,980	-33	0,280	-53	0,025	-73	0,0017
-14	1,810	-34	0,250	-54	0,024	-74	0,0014
-15	1,650	-35	0,220	-55	0,021	-75	0,0012
-16	1,510	-36	0,200	-56	0,018	-76	0,0010
-17	1,370	-37	0,180	-57	0,016	-77	
-18	1,250	-38	0,160	-58	0,014	-78	
-19	1,140	-39	0,140	-59	0,012	-79	

Die Verfahrensschritte der Gefriertrocknung

Gefrieren

Unter atmosphärischem Druck
(z. B. bei –25°)

= Bildung der erforderlichen Eisstruktur

Trocknen

Unter Vakuum
z. B. bei 0,01 mbar

= hält Wasseranteil in Eisform

Zusätzlich erforderlich
Zuführung von Energie (Wärme)

aber: das Material bleibt gefroren!

(Hintergrund: das Vakuum bestimmt die Produkttemperatur)

2.2. Vorbereitung

Bei Anlagen, die mit dem Drucksteuerventil ausgerüstet sind, sollte die Möglichkeit des Warmlaufens der Vakuumpumpe genutzt werden. Für die Lebensdauer der Vakuumpumpe ist es vorteilhaft, wenn diese erst dann mit kondensierbaren Gasen belastet wird, wenn die Betriebstemperatur der Pumpe erreicht ist.

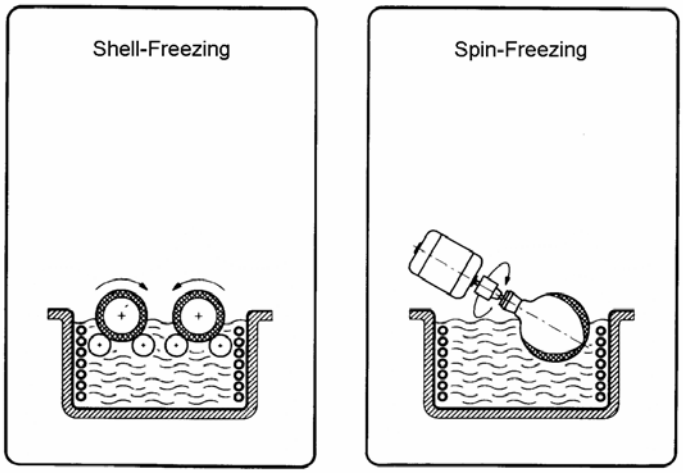
Die Vakuumpumpe kann bereits während des Gefrierens mit geschlossenem Drucksteuerventil betrieben werden. Die Vakuumpumpe sollte mindestens 15 Minuten warmlaufen bzw. vor dem Beginn der Haupttrocknung eingeschaltet werden.

Unter Umständen ist es möglich, dass während der Haupttrocknung das Vakuum in der Eiskondensatorkammer bzw. in der Trocknungskammer ansteigt (z. B. von 0,63mbar auf 0,47mbar), obwohl das Ventil zur Vakuumpumpe geschlossen ist. Dies ist physikalisch auf die Pumpwirkung des Eiskondensators zurückzuführen ("Cryo-Pumping-Effect").

2.3. Gefrieren

Das Gefrieren des Gutes kann in kleineren Mengen innerhalb der Eiskondensatorkammer der Gefriertrocknungsanlage erfolgen. Größere Mengen werden z. B. in einer Tiefkühltruhe vorgefroren.

Sollen Flüssigkeiten in einer Schicht von größer als 1 cm in Flaschen getrocknet werden, so empfehlen wir, das Einfrieren mit einer Shell- oder Spin-Freezing-Vorrichtung (siehe Bild) in einem Kühlbad vorzunehmen. Durch die Zentrifugalkraft steigt die einzufrierende Flüssigkeit am Innenmantel der Flasche hoch und friert fest. Durch dieses Einfrierverfahren wird die Schichtstärke reduziert und damit die Gesamttrocknungszeit wesentlich verkürzt.



Es kann auf das Gefrieren in der Anlage verzichtet werden, wenn das Gut z. B. in einer Tiefkühltruhe vorgefroren bzw. gelagert wird. In diesem Fall ist es vor allem bei geringen Füllmengen zweckmäßig, die Stellflächen mit vorzukühlen, um ein partielles Antauen während der Evakuierung zu vermeiden.

Eventuelle Wasserrückstände müssen aus der Eiskondensatorkammer entfernt werden. Das Ablassventil wird geschlossen.

Der Schliffstopfen der Trocknungskammer muss mit Hochvakuumfett eingefettet sein!

Eine Schichtstärke des Produktes von 1 - 2 cm sollte nicht überschritten werden, da sonst die Trocknungsdauer ungünstig beeinflusst wird.

2.4. Haupttrocknen

Die Vakuumpumpe wird zugeschaltet.

Bemerkung:

Bei z.B. lösungsmittelhaltigem Ausgangsgut oder einem Gut mit hoher Salzkonzentration kann ein Auftauen während des Trocknungsprozesses möglich sein (deutlich zu beobachtendes Aufschäumen). In diesem Fall ist es erforderlich, das Gut möglichst tief einzufrieren, z. B. in Flüssig-Stickstoff.

Achtung:

Ausgangsgut mit z. B. hoher Lösungsmittelkonzentration oder säurehaltiges Gut können nicht ohne besondere Schutzmaßnahmen und apparative Vorkehrungen, wie z. B. zusätzliche LN_2 Kühlfalle zum Schutz der Vakuumpumpe getrocknet werden (ggf. Rückfrage im Werk). Alternativ können chemiebeständige Vakuum-Hybridpumpen (z. B. RC-5) eingesetzt werden.

Besondere Vorsicht ist bei der Handhabung mit Aziden geboten, da sich in Verbindung mit Kupfer oder Buntmetallen ein gefährlicher Sprengstoff bildet! Eine Rückfrage im Werk ist unbedingt erforderlich!

Sobald die Sublimation des Wasserdampfes aus dem gefrorenen Gut einsetzt, wird dem Gut Wärme entzogen und damit weiter abgekühlt.

Zu Beginn der Trocknung wird die maximale Sublimationsgeschwindigkeit erreicht.

In Abhängigkeit von der Sublimationsgeschwindigkeit steigt die Eiskondensatortemperatur und damit der Druck in der Trocknungs- bzw. Eiskondensatorkammer.

Die Dauer der Haupttrocknung hängt im Wesentlichen ab von:

- der Schichtstärke des Ausgangsgutes,
- dem Feststoffgehalt des Ausgangsgutes,
- der Wärme, die dem Gut während der Trocknung zugeführt wird,
- dem Druck, der während der Trocknung in der Trocknungskammer herrscht.

Mit steigendem Druck (nicht Vakuum!) erhöht sich die Sublimationsgeschwindigkeit und die Trocknungszeit wird verkürzt.

Der während der Haupttrocknung anfallende Wasserdampf wird nicht von der Vakuumpumpe abgesaugt, sondern vom Eiskondensator aufgenommen.

Aufgabe der Vakuumpumpe ist es, den Partialdruck der unkondensierbaren Gase zu senken, so dass der Wasserdampftransport vom Produkt zum Eiskondensator stattfinden kann.

Geringe Mengen Wasserdampf werden jedoch auch von der Vakuumpumpe abgesogen. Die Vakuumpumpe ist daher mit einer Gasballasteinrichtung ausgerüstet.

Bei geöffnetem Gasballastventil werden die abgesogenen kondensierbaren Dämpfe zusammen mit der Luft aus der Auspuffleitung ausgestoßen.

Das Gasballastventil muss aus diesem Grund während der Haupttrocknung geöffnet sein!

Lediglich zur Nachtrocknung kann das Gasballastventil geschlossen werden, da dann kaum noch Wasserdampf anfällt.

Während der Haupttrocknung wird die Feuchte durch Sublimation, während der Nachtrocknung die gebundene Feuchte durch Desorption entfernt.

Diese geringe Menge an Wasserdampf während der Nachtrocknung kann die Vakuumpumpe auch bei geschlossenem Gasballastventil aufnehmen (für einige Stunden).

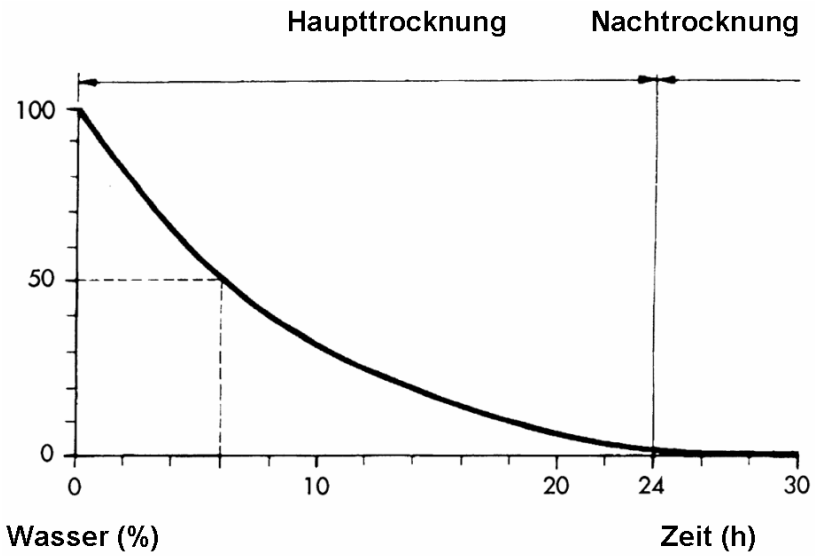
Allgemein kann auf den Betrieb mit geschlossenem Gasballastventil verzichtet werden. Die von uns empfohlene Vakuumpumpe erreicht bereits mit geöffnetem Gasballastventil einen Enddruck, welcher bei dem erreichbaren Wasserdampfpartialdruck liegt.

Der Restfeuchtegehalt des Trocknungsgutes ist im Wesentlichen abhängig:

- von der Temperatur des Trocknungsgutes während der Nachtrocknung,
- von dem Endvakuum, welches während der Nachtrocknung erzielt wird.

Das Ende der Haupttrocknungsphase ist erreicht, wenn Produkttemperatur und Stellflächentemperatur annähernd gleich sind. (Temperaturdifferenz zwischen Stellfläche und Produkt ca. 3K bis 5K) Soll auch das adsorptiv gebundene Wasser aus dem Produkt entfernt werden, kann zur Nachtrocknungsphase übergegangen werden.

Der Trocknungsverlauf von einer Substanz mit einem Feststoffgehalt von ca. 10% ist in dem nachfolgenden Bild dargestellt. Im ersten Viertel der Haupttrocknung fallen bereits 50% Wasser an, im nächsten Viertel erneut 50% des verbleibenden Wassergehalts usw., bis sich die Trocknungskurve asymptotisch der Zeitachse nähert. Dieser typische Trocknungsverlauf ergibt sich dadurch, dass sich die Sublimationsebene in das Produkt zurückzieht und der anfallende Wasserdampf durch die bereits getrockneten Schichten geführt wird. Mit zunehmender Trocknung wird der innere Widerstand größer, der Trocknungsverlauf wird im Wesentlichen durch die Sublimationswärme und die Wasserdampftransportgeschwindigkeit bestimmt. Um das spez. Wärmeleitvermögen des zu trocknenden Materials zu erhöhen und möglichst kleine Dampfvolumina zu schaffen, soll so nah wie möglich am Erstarrungspunkt (eutektischen Punkt) getrocknet werden.



Die benötigte Trocknungszeit ist sehr stark vom Trocknungsvakuum abhängig. Je weiter das Vakuum dem Erstarrungspunkt gemäß Dampfdruckkurve über Eis angenähert wird, desto kürzer ist die Trocknungszeit.

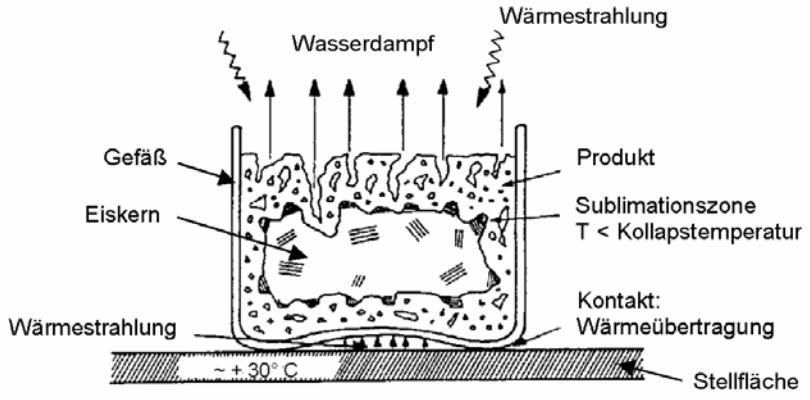
Interessante Zusammenhänge :

1,0	Gramm Eis nimmt bei		
1,0	mbar ein Volumen von	1	m³ Dampf
0,1	mbar ein Volumen von	10	m³ Dampf
0,01	mbar ein Volumen von	100	m³ Dampf ein

Energiezufuhr beim Trocknen

Die zur Sublimation erforderliche Energie wird dem Produkt über unmittelbare Wärmeleitung im Trocknungsraum, Gasströmung oder Strahlung zugeführt. In den gängigen Gefriertrocknungsanlagen stehen Wärmeleitung und Gasströmung im Vordergrund. Die Zusammenhänge sind im folgenden Bild dargestellt.

Wirkungsweise der Gefriertrocknung in einer Produktschale



Die Wärmeleitung erfolgt von den beheizten Stellflächen über direkten Kontakt mit dem Gefäßboden und / oder über Wärmestrahlung zwischen Stellfläche und Gefäß bzw. Produkt.

Zu Beginn der Sublimation ist die Übertragung von der Gefäßwand auf das gefrorene Produkt recht wirksam. Allerdings wird sich bald eine Zone eisfreien, porösen Trockengutes bilden, die einen entsprechenden Temperaturgradienten von der Gefäßwand in das Produkt aufweist. Die schlechte Wärmeleitung des bereits getrockneten Produkts kann zu einem Anstieg der Temperatur des Eiskerns führen. Steigt die Kerntemperatur über die Erstarrungstemperatur, taut das Produkt an, dies gilt insbesondere für inhomogene Produkte und bei großen Schichtdicken. In dieser Phase der Trocknung ist auf eine dosierte Energiezufuhr und eine exakte Temperatur- und Drucküberwachung zu achten.

2.5. Nachtrocknen

Der Enddruck, welcher sich in der Trocknungskammer einstellt, ist von der Eiskondensatortemperatur entsprechend der Dampfdruckkurve über Eis abhängig:

z. B. 1,030 mbar entspricht -20°C

0,370 mbar entspricht -30°C

0,120 mbar entspricht -40°C

0,040 mbar entspricht -50°C

0,011 mbar entspricht -60°C

Wird eine Eiskondensatortemperatur von tiefer als -50°C und ein Druck von kleiner als 0,120 mbar erreicht, ist die Anlage funktionstüchtig.

Diese Differenz bei leerer, nicht mit Produkt befüllter Anlage ist im Wesentlichen dadurch bedingt, dass der Enddruck, welcher sich im System einstellt, von der wärmsten mit Eis beaufschlagten Stelle des

Eiskondensators bestimmt wird. Des Weiteren wird diese Differenz auch durch Rückstände oder Anteile von Lösungsmitteln im Produkt mit einem höheren Dampfdruck beeinflusst.

2.6. Trocknungsende und Belüften

Eine grobe Aussage über das Trocknungsende lässt sich anhand des Vakuums und der Eiskondensatortemperatur machen. Der Eiskondensator wird nicht mehr belastet und erreicht die Endtemperatur von ca. -55°C bzw. -85°C. Der Druck in der Trocknungskammer sinkt entsprechend der Eiskondensatortemperatur.

Die Vakuumpumpe wird abgeschaltet und die Trocknungskammer über ein Gummiventil oder das Belüftungsventil auf der linken Anlagenseite belüftet. Es ist möglich die Anlage über das Belüftungsventil statt mit Luft, mit Stickstoff oder einem anderen Inertgas zu "belüften".

ACHTUNG! Max. 0,2 bar Überdruck!

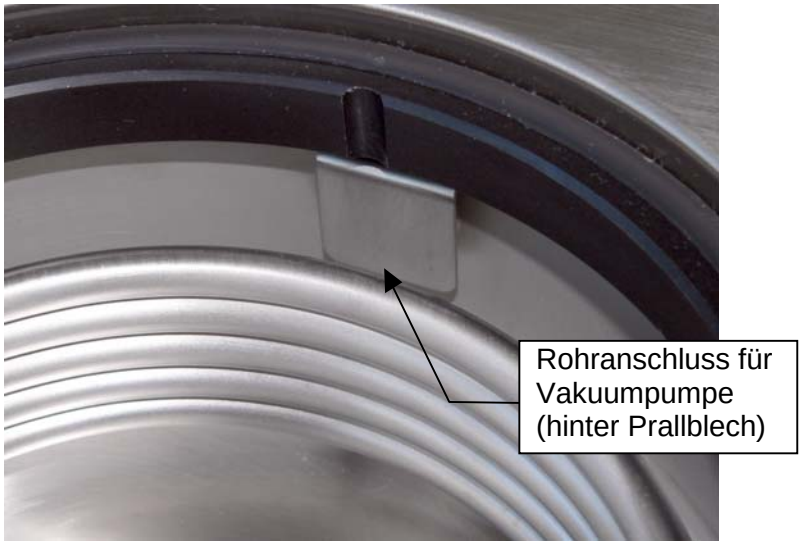
Anschließend wird die Anlage abgeschaltet und das Produkt wird entnommen.

2.7. Abtauen

Das Abtauen des Eiskondensators erfolgt bei Raumtemperatur oder mit warmem Wasser. Die Eiskondensatorkammer darf max. bis zur Hälfte mit Wasser gefüllt werden.

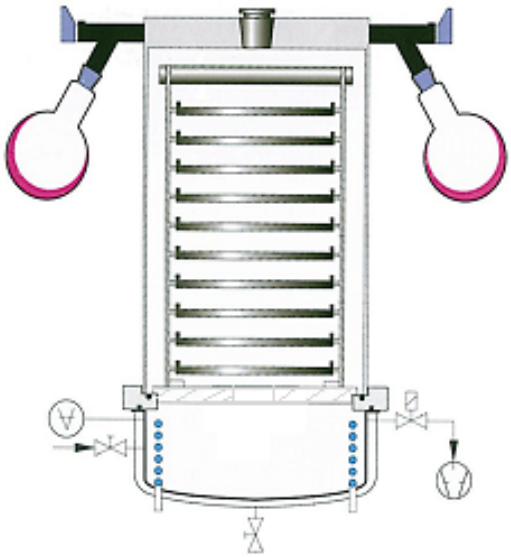
Beim Abtauen des Eiskondensators mit (warmem) Wasser ist unbedingt darauf zu achten, dass kein Wasser in den Rohranschluss für die Vakuumpumpe und Vakuummesssonde gelangt (siehe Bild)!

Über das Ablassventil an der linken Seite der Anlage wird das Kondensat und Abtauwasser abgelassen. Dazu wird ein Schlauch auf die Schlauchtülle gezogen. Das Kondensat und Abtauwasser wird in einem Behälter aufgefangen.



3. Beschreibung der Gefriertrocknungsverfahren

3.1. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) auf Stellflächen



Zunächst werden eventuelle Wasserrückstände aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils

empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Das Plattengestell wird auf die Bodenplatte gesetzt. Bei kleineren Proben ist es zweckmäßig, die Stellflächen mit vorzukühlen, um ein partielles Antauen während der Evakuierung zu vermeiden.

Bei separatem Gefrieren und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer wird direkt mit der Haupttrocknung begonnen. Sobald die Stellflächen mit den vorgefrorenen Proben eingesetzt sind, wird die Anlage mit der Trocknungskammer verschlossen und der Prozess gestartet. Dazu muss in der Anlagensteuerung die Prozessphase Haupttrocknung aktiviert werden, so dass das Drucksteuerventil öffnet und die Haupttrocknung beginnt (siehe Kapitel 5.6).

3.2. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) mit Verschlussvorrichtung

Eventuelle Wasserrückstände werden aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Das Plattengestell wird auf die Bodenplatte gesetzt. Bei kleineren Proben ist es zweckmäßig, die Stellflächen mit vorzukühlen, um ein partielles Antauen während der Evakuierung zu vermeiden.

Mit der Verschlussvorrichtung können, je nach verwendeter Ausführung, auf 1 bis max. 2 Stellflächen Injektionsfläschchen unter Vakuum oder Inertgas mit gerillten Gummistopfen verschlossen werden. Dazu werden die Stellflächen über einen Spindeltrieb mit einer Druckplatte zusammengefahren.

Die Höhe der Druckplatte muss entsprechend der Höhe der Fläschchen eingestellt werden. Dazu wird der Gewindestift für die Höhenverstellung entfernt. Die Gewindestange wird so weit in die untere Stellfläche geschraubt, bis der geschlitzte Kopf der Gewindestange eine Höhe mit dem Gestell bildet (jeweils Oberkante).

Die Druckplatte wird nun mit dem Gewindestift so befestigt, dass sie möglichst auf dem Gummistopfen oder kurz darüber liegt. Bei Verwendung von zwei oder mehr Stellflächen wird jede weitere

Stellfläche ebenso wie die Druckplatte direkt oder mit geringem Abstand auf die Gummistopfen gesetzt.

Anstelle des Stopfens wird die vakuumdichte Drehdurchführung in den Innenschliff der Trocknungskammer gesetzt. Der Schliff der Drehdurchführung wird vor dem Einsetzen mit Vakuumfett eingefettet.

Nach beendeter Trocknung wird der Hebel der Drehdurchführung nach rechts gedreht, bis ein Widerstand zu verspüren ist.

Zum Verschließen der Fläschchen müssen die Stellflächen voll beschickt werden. Bei kleineren Mengen müssen pro Stellfläche mindestens 3 Distanzstücke (entsprechend der Fläschchenhöhe mit eingedrücktem Gummistopfen) gleichmäßig verteilt werden.

Entsprechende Distanzstücke fertigen wir auf Anfrage.

3.3. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Kolben (Verfahren B)

Eventuelle Wasserrückstände werden aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Für die Trocknung außerhalb der Eiskondensatorkammer stehen diverse Trockenrechen und aufsetzbare Trocknungskammern mit der Anschlussmöglichkeit von Gummiventilen zur Verfügung (siehe Zubehörkatalog). Die Trocknungskammer mit Anschlüssen für Gummiventile wird direkt auf den Dichtring in der Grundplatte aufgesetzt. Trockenrechen mit Normschliff NS 45/40 werden über den Innenschliff des Acrylglasdeckels angeschlossen.

Um einen vakuumdichten Anschluss zu gewährleisten und das Entfernen der entsprechenden Zubehörteile zu erleichtern, müssen die Schliffkerne vor dem Einsetzen mit Vakuumfett dünn eingefettet werden. Das Zubehörteil wird dann leicht aufgesetzt und um 360° gedreht. Damit wird das Fett gleichmäßig verteilt.

Vor jedem weiteren Einsetzen sind die Schliffe zu reinigen und einzufetten.

Bevor mit der Trocknung begonnen wird, ist zu überprüfen, ob sämtliche Ventile geschlossen sind.

In der Anlagensteuerung muss die Prozessphase Haupttrocknung aktiviert werden, so dass das Drucksteuerventil öffnet und die Haupttrocknung beginnt.

Achtung:

Erst nachdem ein Druck von 1,030 mbar unterschritten ist, können die eingefrorenen Proben an die Ventile angeschlossen werden.

Flüssigkeiten werden in Kolben nach dem Shell-Freezing-Prinzip, von Hand oder mit einer Drehvorrichtung eingefroren. Durch diese Einfrierverfahren wird die Schichtstärke reduziert und damit die Trocknungszeit wesentlich verkürzt.

Bei den meisten zur Verfügung stehenden Rechen bzw. Ventilen ist ein kontinuierliches Anschließen und Entnehmen von Kolben während der Trocknung gestattet. Jeder Anschluss besitzt ein Absperr- und Belüftungsventil.

Sollten die Gummiventile oder Edelstahlventile schwergängig geworden sein, müssen die Ventile zerlegt, gereinigt, mit Vakuumfett leicht eingefettet und wieder zusammengebaut werden.

Es ist ebenfalls möglich pro Gummiventil ein Verteilerstück für 15 Ampullen anzuschließen

Über das Verteilerstück können max. 15 Ampullen gleichzeitig im Kühlbad eingefroren und am Trockenrechen angeschlossen werden.

3.4. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Ampullen (Verfahren B)

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Der Trockenrechen ist für den Anschluss von max. 48 Ampullen mit Blindstopfen versehen, so dass der Rechen bereits vorevakuiert werden kann.

Mit der mitgelieferten Schlauchklemme wird der erste Schlauch in der Mitte abgeklemmt und der Blindstopfen entfernt. Das Vakuum bleibt im System erhalten.

Die Flüssigkeit in der Ampulle wird entweder unter Drehung in einem Kühlbad eingefroren oder das Einfrieren erfolgt in einer Tiefkühltruhe.

Wenn ein schockartiges Einfrieren gewünscht wird, empfehlen wir, das Einfrieren in flüssigem Stickstoff oder in einem Kühlbad vorzunehmen.

Die Ampulle wird dann an den Schlauch angeschlossen und die Schlauchklemme entfernt. Damit wird der Partialdruck in der Ampulle schlagartig gesenkt, und ein partielles Antauen während des Evakuierens wird vermieden.

Nach diesem Verfahren wird eine Ampulle nach der anderen angeschlossen.

Das Abschmelzen erfolgt in gleicher Weise. Das Schlauchstück der abzuschmelzenden Ampulle wird abgeklemmt und die Ampulle unter Vakuum mit der Gebläselampe abgeschmolzen.

Sollte die betreffende Ampulle beim Abschmelzen zu Bruch gehen, so wird durch das Absperren mit der Schlauchklemme ein Aufheben des Vakuums im Trocknungsraum vermieden.

Der Rest der abgeschmolzenen Ampulle wird entfernt und das Schlauchstück mit einem Blindstopfen verschlossen.

In dieser Weise kann eine Ampulle nach der anderen abgeschmolzen werden bzw. neue Ampullen angeschlossen werden.

4. Aufstellung und Inbetriebnahme

4.1. Aufstellungsort

ACHTUNG! Es dürfen keine Papiere, Tücher oder ähnliches hinter die Anlage geschoben werden, da sonst die Luftzirkulation des Kälteanlagen-Wärmetauschers nicht mehr gegeben ist.

Die Gefriertrocknungsanlage soll in Waage aufgestellt werden. Die Umgebungstemperatur sollte min. +10°C bis max.+32°C betragen.

Die Kältemaschine der Gefriertrocknungsanlage wird luftgekühlt. Eine ausreichende Luftzirkulation muss sichergestellt sein. Die Anlage sollte möglichst frei und mindestens 30 cm von der Wand entfernt aufgestellt werden. Die Aufstellung sollte nicht in der Nähe von Heizkörpern oder Wärmequellen erfolgen, und eine direkte Sonneneinstrahlung muss vermieden werden.

Bei unzureichender Luftzirkulation und/ oder zu hoher Umgebungstemperatur steigen die Temperatur und der Druck im Kühlsystem. Dies kann beim Überschreiten des maximal zulässigen Betriebsdrucks zum Ausfall der Kälteanlage führen.

Am Aufstellungsort werden folgende Anschlüsse benötigt:

4.2. Netzanschluss

Die auf dem Typenschild angegebene Betriebsspannung muss mit der örtlichen Versorgungsspannung übereinstimmen.

CHRIST-Gefriertrocknungsanlagen sind Geräte der Schutzklasse I und haben ein dreiadriges Anschlusskabel mit einem Schutzkontaktstecker.

4.3. Sicherung bauseits

Die Gefriertrocknungsanlage ist typisch mit jeweils 16 AG abzusichern.

4.4. Schutzleiterprüfung

Zur Schutzleiterprüfung befindet sich an der Rückwand der Gefriertrocknungsanlage eine Potentialausgleichsschraube. Mit entsprechendem Messgerät kann eine Schutzleiterprüfung durchgeführt werden.

4.5. Belüftung

Über das Belüftungs- und Ablassventil unten, an der linken Seite der Anlage, wird die Eiskondensatorkammer belüftet.

Sollen z. B. Penicillinfläschchen unter Stickstoffatmosphäre statt unter Vakuum verschlossen werden, kann über die Schlauchtülle des Belüftungsventils die Eiskondensatorkammer mit Stickstoff geflutet werden.

ACHTUNG! Max. 0,2bar Überdruck!

4.6. Kondensat- und Abtauwasser

Über das Belüftungs- und Ablassventil unten, an der linken Seite der Anlage, wird das Kondensat- und Abtauwasser abgelassen. Dazu wird der im Lieferumfang enthaltene Schlauch auf die Schlauchtülle aufgezogen. Das Kondensat- und Abtauwasser wird in einem Behälter aufgefangen.

Das Kondensat- und Abtauwasser kann direkt über diesen Schlauch zu einem Abfluss geleitet werden. Das Kondensat- und Abtauwasser muss freien Ablauf haben. Hierzu ist es erforderlich, dass der Schlauch mit kontinuierlichem Gefälle verlegt wird. Es muss gewährleistet sein, dass sich keine "Wassersäcke" bilden können.

Das Schlauchende muss sich immer oberhalb des Flüssigkeitsspiegels im Auffanggefäß befinden. Anderenfalls besteht die Gefahr, dass beim Öffnen des Ablassventils durch einen eventuellen Unterdruck Wasser- und Schmutzrückstände in den Eiskondensatorkammer gesogen werden.

Die Belüftung der Anlage nach dem Beenden eines Gefriertrocknungsprozesses erfolgt auch über das Ablassventil.

4.7. Vakuumpumpenabgase

Während der Haupttrocknung muss die separat stehende Vakuumpumpe mit geöffnetem Gasballastventil betrieben werden. Der dabei auftretende Ölnebel wird in der Regel durch einen Auspufffilter zurückgehalten, oder er muss abgeleitet werden.

An dem Auspuffstutzen der Vakuumpumpe RZ-2 oder RC-5 kann dazu ein Schlauch ½" und an dem Auspuffstutzen der Vakuumpumpe DUO 5 oder DUO 10 ein Schlauch ¾" angeschlossen und ins Freie oder in einen Abzug geleitet werden.

Bei Verlegung der Leitung ist darauf zu achten, dass kein Kondensat aus der Leitung in die Pumpe zurücklaufen kann. Bei steigenden Leitungen ist es am sichersten, wenn ein Abscheider (Woulff'sche Flasche oder Waschflasche) in die Leitung geschaltet wird.

Wir empfehlen, grundsätzlich, einen Auspufffilter (Ölnebelabscheider) anzubringen. Der Filter verhindert die Luftverschmutzung durch Ölnebel, der von der Pumpe je nach Arbeitsdruck in mehr oder weniger großen Mengen ausgestoßen wird.

Der Filter wird an dem Auspuffstutzens der Vakuumpumpe befestigt.

Der Filter ist mit einem Überdruckventil ausgestattet, welches die Filtersättigung anzeigt. Eine Reinigung oder ein Austausch des Filtereinsatzes ist spätestens mit dem Ansprechen des Überdruckventils vorzunehmen. Das gesammelte Öl ist im Schauglas sichtbar und wird an der Ablassschraube abgelassen.

(Bitte separate Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe beachten!)

4.8. Erste Inbetriebnahme

ACHTUNG! Sorgen Sie vor der ersten Inbetriebnahme dafür, dass Ihre Gefriertrocknungsanlage ordnungsgemäß aufgestellt und installiert ist (siehe Punkt 4.1 Aufstellungsort und folgende).

4.8.1. Funktions- und Bedienelemente

Belüftungs- und Ablassventil

Eiskondensatorkammer

Eiskondensator

Anlagensteuerung LD_{plus}

Netzschalter

Serielle Schnittstelle Vakuummesssonde

Vakuumanschluss

Drucksteuer- und Absterrventil

Vakuumpumpe

Typenschild

Zusätzlicher Anschluss Schnittstelle (Option, sep. Zubehör

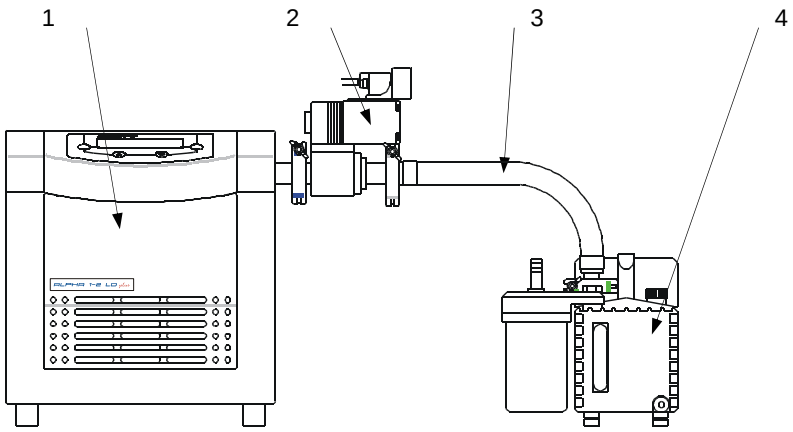
Wärmtauscher der Kälteanlage

Potentialausgleichsschraube für Schutzleiterpfüfung und zentraler Erdungsanschluss

Netzanschluss und Netzabsicherung

4.8.2. Anschluss von Vakuumpumpe und Installation von Zubehörkomponenten

4.8.2.1 Verfahrensschema ALPHA 1-2 LD$_{plus}$



1 ALPHA 1-2 LD_{plus}

2 Drucksteuer- und Absperrventil

3 Vakuumschlauch

4 Vakuumpumpe

Die Zubehörkomponenten werden gemäß Verfahrensschema mit der Gefriertrocknungsanlage **ALPHA 1-2 LD$_{plus}$** verbunden.

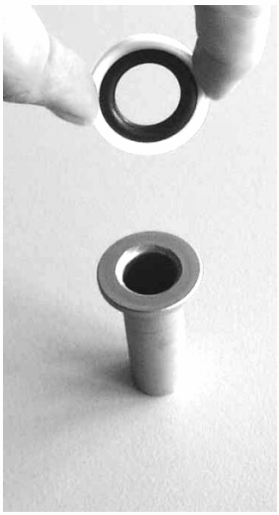
Als Verbindungselemente dienen Zentrier- und Spannringe mit Flügelschrauben (Kleinflansch-Verbindung nach ISO 28403 bzw. DIN 2861, siehe nachfolgende Hinweise).

Hinweise zur Verbindung mit Zentrier- und Spannringen:

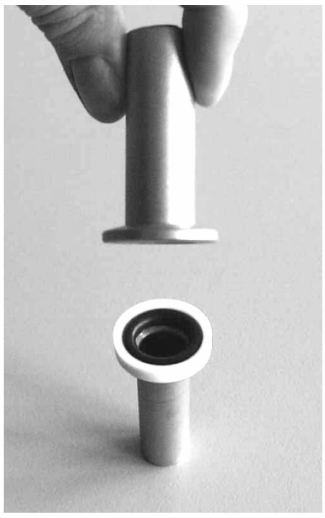
Oftmals sind nicht korrekt sitzende Kleinflanschverbindungen zwischen Aggregaten und Schlauchverbindungen die Ursache für gravierende Vakuumprobleme.

Bitte lösen sie die Verbindung und setzen sie den Zentrierring (mit innenliegendem Dichtring) erneut zentrisch zwischen die zu verbindenden Flanschanschlüsse. Schließen sie dann die Verbindung mit dem Spannring durch Festziehen der Flügelmutter.

Bitte achten sie darauf, dass dabei der Zentrierring nicht verrutscht bzw. verkantet.

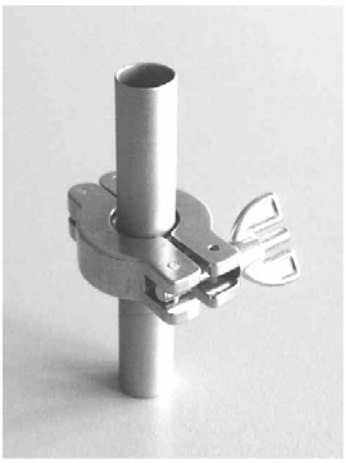


Kleinflansch und Zentrierring



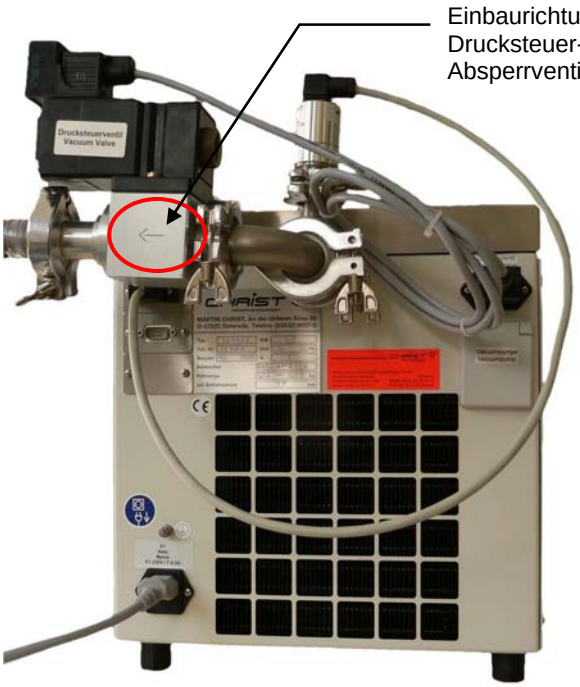
Kleinflansch mit Zentrierring und Kleinflansch

Ansetzen des Spannringes



Festziehen des Spannringes

Ist ein Drucksteuerventil vorhanden, so wird dieses zwischen Gefriertrocknungsanlage und Vakuumpumpe mit eingebaut und in der Kaltgerätesteckdose in der Anlagenrückwand eingesteckt.



Die Vakuumpumpe wird mit der Anlage verbunden und an die Steckdose in der Anlagenrückwand angeschlossen.

Die Vakuumabgase sollten gefiltert oder abgeleitet werden.

Das Belüftungsventil und das Ablassventil an der linken Seite der Anlage werden geschlossen.

Auf die Eiskondensatorkammer wird die Trocknungskammer oder ein Deckel aufgesetzt.

Die evtl. vorhandenen Gummiventile an der Trocknungskammer werden geschlossen.

Das weitere Zubehör (z. B. Stellflächen, Anschlüsse für Rundkolben) wird entsprechend dem Lieferumfang komplettiert.

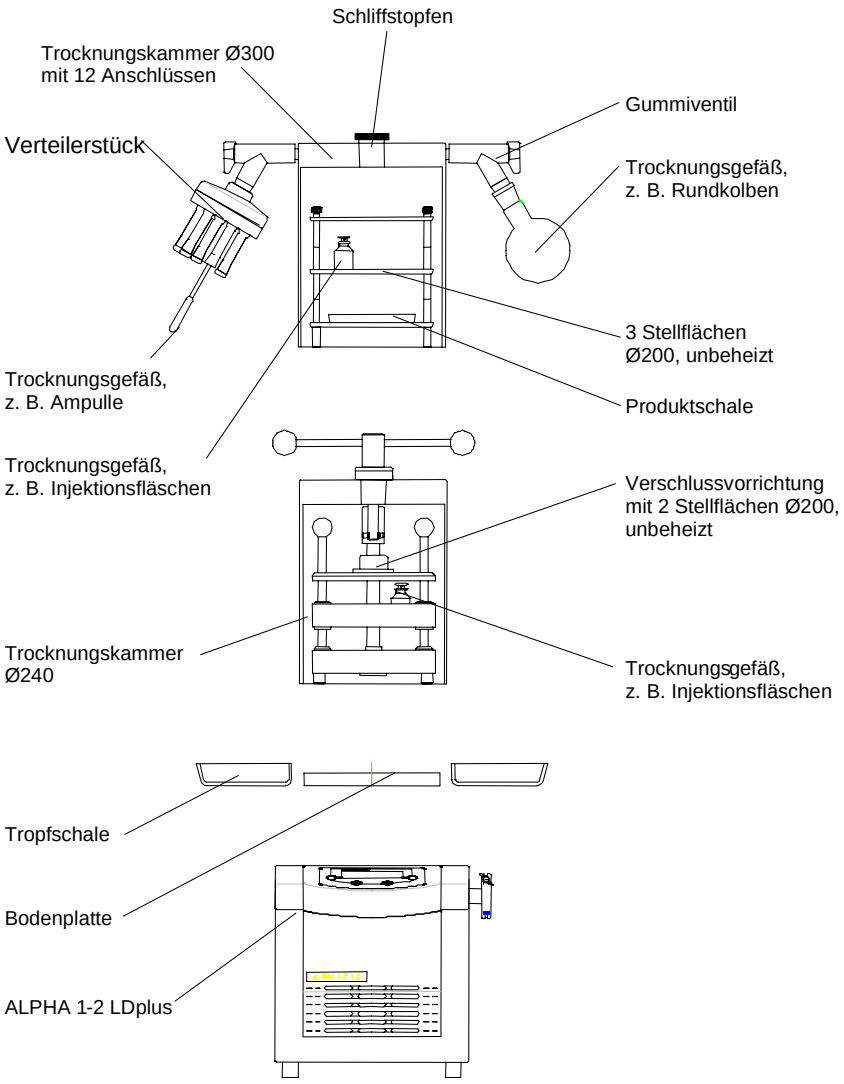
Prinzip-Darstellung der Zubehörelemente

Das weitere Zubehör (z. B. Trocknungskammer, Stellflächen, Anschlüsse für Rundkolben) wird entsprechend dem Lieferumfang komplettiert.

Beispiel: Zubehör für Trocknung auf 2 unbeheizten Stellflächen mit Verschlusseinrichtung für Injektions-Fläschchen (ohne Vakuumpumpe).

Beispiel: Zubehör für Trocknung auf 3 unbeheizten Stellflächen sowie einzeln absperrbare Gummiventile für Rundkolben oder Weithalsfilterverschlussflaschen (ohne Vakuumpumpe).

Mögliches Zubehör zu der **ALPHA 1-2 LD$_{plus}$**:



4.8.3. Einschalten

Betätigen Sie den Netzschalter an der rechten Seite der Anlage.

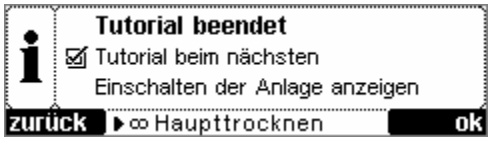
Die LD_{plus} Anlagensteuerung führt zunächst eine Eigenprüfung und Initialisierung durch. Diese nimmt einige Sekunden in Anspruch.

Beim ersten Einschalten (nach Werksauslieferung) der Anlage wird der Anwender durch ein Tutorial zum leichten Einstieg in die LD_{plus} Anlagensteuerung geführt.

Dazu zuerst die Sprachführung mit den Tasten Auf ⊙ bzw. Ab ⊙ wählen und mit dem Softkey `weiter` ▬○ bestätigen.

Danach wird der Anwender Schritt für Schritt durch das Tutorial geführt.

Zum Schluss erfolgt die Abfrage, ob das Tutorial beim nächsten Einschalten der Anlage wieder angezeigt werden soll.

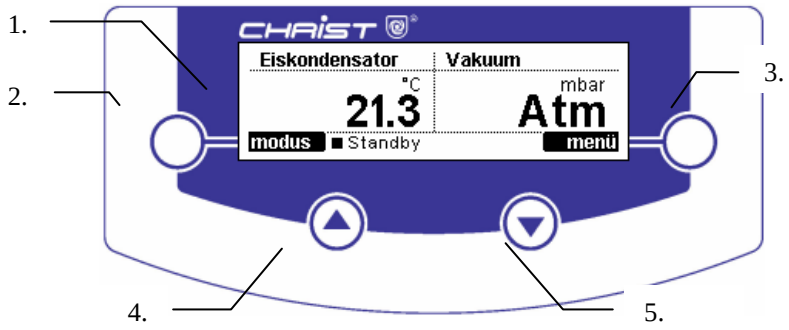


5. LDplus Anlagensteuerung

5.1. Einleitung

LDplus (**L**yo **D**isplay **Plus**) steht für eine komfortable Benutzeroberfläche zur intuitiven Steuerung von Gefriertrocknungsprozessen.

5.2. Das LDplus Bedienerpanel



1. Beleuchtetes LC Display (240x64 Pixel)
2. Linker Softkey
3. Rechter Softkey
4. Taste Auf
5. Taste Ab

5.3. Kurzübersicht – Bedienung

Die Bedienung der LDplus Anlagensteuerung erfolgt mittels vier zentral platzierten Tasten auf der Bedienfolie.

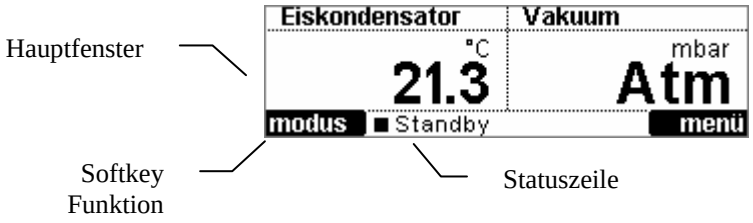
Den vier Tasten ○▬ ▬○ ⏶ ⏷ sind folgende Aktionen zugeordnet:

- Linker Softkey ○▬ & Rechter Softkey ▬○
  Softkeys sind Tasten, denen dynamisch Funktionen zugeordnet werden. Die momentane Tastenfunktion wird im Display neben der Taste angezeigt. Durch die Softkeys ist durchgängig eine einfache und transparente Bedienung der Anlagensteuerung möglich.
- Taste Auf ⏶ & Taste Ab ⏷
  Mit den Tasten Auf ⏶ und Ab ⏷ werden im Wertefenster die darzustellenden Soll- bzw. Istwerte ausgewählt. Taste Auf ⏶ ist dem linken Wertefenster zugeordnet und Taste Ab ⏷ dem rechten Wertefenster. Die verfügbaren Soll- bzw. Istwerte werden bei Tastendruck der Reihe nach durchgescrollt. Im Menü dienen die Tasten Auf ⏶ und Ab ⏷ zur Fokusbewegung, bei Parametereingaben zum Verändern des Wertes.

5.4. Visuelle Komponenten der LDplus Anlagensteuerung

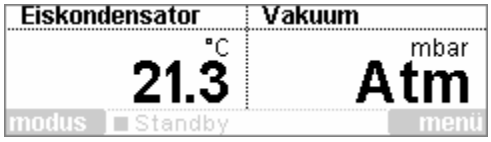
Die Darstellung auf dem LC Display ist in die drei folgenden Bereiche gegliedert:

- Hauptfenster
- Statuszeile
- Softkey-Funktion



5.4.1. Hauptfenster

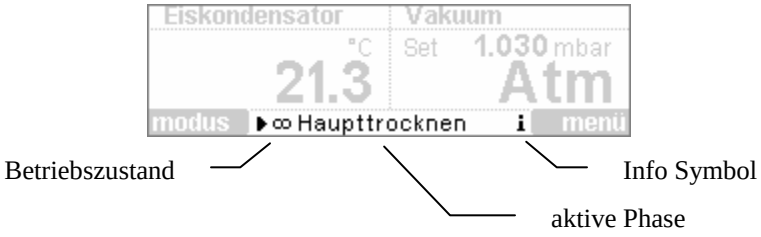
Im Hauptfenster werden Soll-& Istwerte, Menüs und Informationen zum Prozess angezeigt.



5.4.2. Statuszeile

Die Statuszeile informiert über den aktuellen Betriebszustand, die aktive Phase und anliegende Informationen. Die Statuszeile ist jederzeit sichtbar.

Aufbau der Statuszeile:



5.4.2.1 Betriebszustand

- Standby
  Die Gefriertrocknungsanlage befindet sich im Standby-Modus. Alle Aggregate sind ausgeschaltet.

- ▶∞
  Die Gefriertrocknungsanlage befindet sich im Run-Modus. Zeitgeber ist deaktiviert.

- ▶🕒
  Die Gefriertrocknungsanlage befindet sich im Run-Modus. Zeitgeber ist aktiviert.

5.4.2.2 Aktive Phase

- `Gefrieren`
  Der Eiskondensator wird gekühlt.

- `WarmUp VP`
  Eiskondensator wird gekühlt und die Vakuumpumpe bei geschlossenem Drucksteuerventil zugeschaltet. Wenn kein Drucksteuerventil eingebaut ist, so muss z.B. durch ein Handventil die Trocknungskammer von der Vakuumpumpe getrennt werden.

- `Haupttrocknen`
  Trocknungskammer wird bei gekühltem Eiskondensator evakuiert. Das Vakuum wird bei vorhandener Drucksteuerung mit dem entsprechenden Sollwert für Haupttrocknen geregelt.

- `Nachtrocknen`
  Die Phase Nachtrocknen ist nur verfügbar, wenn eine Drucksteuerung vorhanden ist. Für Haupttrocknen und Nachtrocknen können unterschiedliche Regelparameter (Sollwert Vakuum, Zeitgeber) definiert werden.

5.4.2.3 Info Symbol

Das Info Symbol blinkt im Sekundentakt, wenn Informationen zum Prozess oder zur Anlage anstehen. Z.B. Störmeldungen, Prozessmeldungen oder allgemeine Informationen. Die Informationen können im Prozess- & Anlagen Info Fenster `menü -> Prozess & Anlagen Info` eingesehen werden.

5.4.3. Softkey Funktion

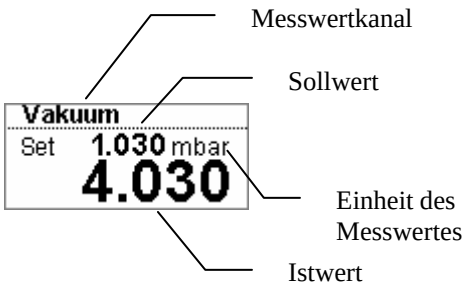
Softkeys sind Tasten, denen dynamisch Funktionen zugeordnet werden. Die momentane Tastenfunktion wird im Display direkt neben der Taste im schwarzen Feld angezeigt.

Im Bild z.B. ist dem linken Softkey die Funktion `modus` ○▬ zugeordnet, dem rechten Softkey die Funktion `menü` ▬○.

5.5. Wertefenster

Das Wertefenster wird nach der Initialisierung der LDplus Anlagensteuerung eingeblendet. Es ist in zwei Bereiche unterteilt, das linke Wertefenster und das rechte Wertefenster.

Das linke bzw. rechte Wertefenster ist wie folgt eingeteilt:



Mit der Taste Auf ⊙ wird der anzuzeigende Messwertkanal im linken Wertefenster gewählt. Taste Ab ⊙ wählt im rechten Wertefenster den Messwertkanal.

Es stehen die folgenden Messwertkanäle zur Verfügung:

- Gesamtzeit
  zählt die Zeit des gesamten Prozesslauf
- Abschnittszeit
  zählt die Zeit einer einzelnen Phase (Gefrieren, WarmUp Vakuumpumpe, u.s.w.)
- Eiskondensatortemperatur
  Temperatur des Eiskondensators
- Vakuum in mbar
  Vakuum in der Trocknungskammer. Dieser Messwertkanal kann nur angewählt werden, wenn eine Vakuummesssonde installiert ist.
- Vakuum umgerechnet in °C
  Vakuum in der Trocknungskammer in °C, umgerechnet nach der Dampfdruckkurve über Eis für Wasser (siehe Kapitel „Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung“). Dieser Messwertkanal kann nur angewählt werden, wenn eine Vakuummesssonde installiert ist.

5.6. Modus

Die Moduswahl wird bei aktivem Wertefenster mit dem linken Softkey `modus` aufgerufen. Unter der Funktion `modus` verbergen sich die Betriebs- und Phasenwahl.

Die Gefriertrocknung definiert folgende vier Phasen:

- Gefrieren
- WarmUp Vakuumpumpe
- Haupttrocknen
- Nachtrocknen

5.6.1. Trocknungsprozess beginnen

Befindet sich die Anlage im Standby, erfolgt bei Betätigung des Softkeys `modus` die Abfrage mit welcher Phase der Gefriertrocknungsprozess beginnen soll.

Wird direkt mit Haupttrocknen oder Nachtrocknen begonnen, erfolgt zunächst eine Abfrage, ob die Vakuumpumpe vorab warmlaufen soll. Dies ist mit `ja` oder `nein` zu bestätigen.

5.6.2. Phase wechseln

Befindet sich die Anlage im Run-Modus, kann zur nächsten Phase gewechselt oder der Prozess mit Standby beendet werden.

5.6.3. Zeitgeber

Ist der Zeitgeber für die Phase aktiviert (Sollwert Zeitgeber >= 1 Minute), so erfolgt nach Ablauf der vorgewählten Zeit eine Abfrage, ob in die nächste Phase gewechselt werden soll.

Ist die letzte Phase aktiv, so erfolgt die Abfrage ob der Prozess weiterlaufen oder beendet (Standby) werden soll.

Soll der Zeitgeber deaktiviert werden, so ist ein Sollwert von unendlich ∞ zu wählen.

Es gibt die Option, dass nach Ablauf der vorgewählten Zeit automatisch in die nächste Phase gewechselt wird.

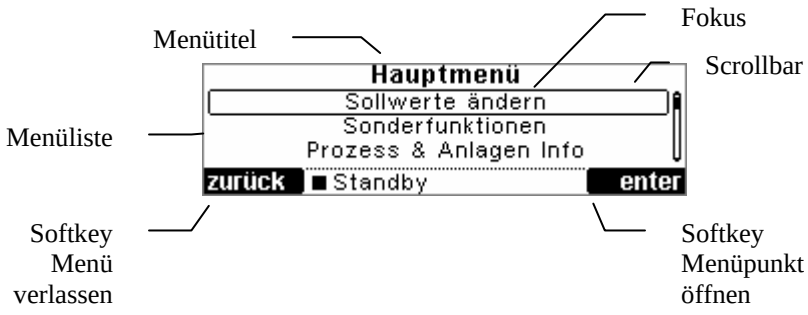
Dies gilt nur für den Phasenwechsel von:

- Gefrieren ➲ WarmUp Vakuumpumpe
- Haupttrocknen ➲ Nachtrocknen

Die Option wird aktiviert unter `menü -> Optionen -> Einstellungen -> Automatischer Phasenwechsel`.

5.7. Hauptmenü

Das Hauptmenü wird bei aktivem Wertefenster mit dem rechten Softkey `menü` aufgerufen.



Im Folgenden werden alle Menüpunkte im Detail erläutert:

5.7.1. Sollwerte ändern

Sollwerte für die Phasen Gefrieren, Haupttrocknen und Nachtrocknen definieren.

Zunächst die Phase wählen.

Sollwert mit Fokus selektieren.

Mit dem rechten Softkey `edit` den Editiermodus einleiten. Der Fokus wird invertiert dargestellt. Der Sollwert kann nun mit den Tasten Auf ⊕ und Ab ⊖ in einem zulässigen Bereich verändert werden.

Der Sollwert wird mit `ok` bestätigt oder mit `abbruch` verworfen. Der Editiermodus wird verlassen.

5.7.1.1 Sollwerte für Gefrieren

- **Zeitgeber**
  Zeit für die Abschnittzeit der Phase Gefrieren. Die Zeit ist von 1 Minute bis 200 Stunden einstellbar. Bei Sollwert unendlich ∞ ist der Zeitgeber für die Phase Gefrieren deaktiviert.

5.7.1.2 Sollwerte für Haupttrocknen & Nachtrocknen

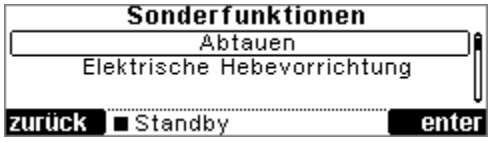
- **Zeitgeber**
  Zeit für die Abschnittzeit der Phase Haupttrocknen bzw. Nachtrocknen. Die Zeit ist von 1 Minute bis 200 Stunden einstellbar. Bei Sollwert unendlich ∞ ist der Zeitgeber für die Phase Haupttrocken bzw. Nachtrocknen deaktiviert.

- **Vakuum**
  Sollwertvorgabe für Regelvakuum in der Trocknungskammer während Haupttrocknen bzw. Nachtrocknen. Die Option Drucksteuerung muss installiert sein. Der Wertebereich ist von 6.1 mbar bis 0.0010 mbar in umgerechnet 1°C Schritten nach Dampfdruckkurve über Eis für Wasser anwählbar.

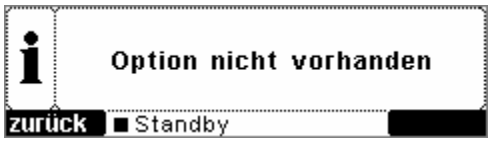
Sollwerte für Nachtrocknen sind nur verfügbar, wenn die Option Drucksteuerung installiert ist.

5.7.2. Sonderfunktionen

Unter Sonderfunktionen ist Sonderzubehör (Abtauvorrichtung und elektrische Hebevorrichtung) der Gefriertrocknungsanlage zu bedienen.



Wenn die entsprechende Option in der Gefriertrocknungsanlage nicht installiert ist, wird dies durch die Meldung `Option nicht vorhanden` signalisiert.



Eine detaillierte Beschreibung der Sonderfunktionen ist im Kapitel LDplus Sonderfunktionen nachzulesen.

5.7.3. Prozess- & Anlagen Info

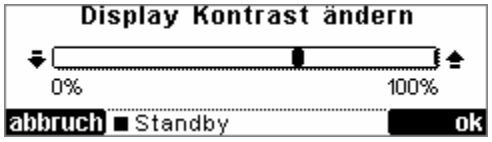
Weitere Informationen siehe Kapitel Prozess- & Anlagen Info.

5.7.4. Optionen

Unter dem Menü `Optionen` sind die Funktionen `Kontrast`, `Sprache`, `Einstellungen` und `Service` anwählbar.

5.7.4.1 Kontrast

Im Menü `Kontrast` wird der Kontrast des LC-Displays verändert. Dieser ist an die örtlichen Lichtverhältnisse des Aufstellungsortes der Gefriertrocknungsanlage anzupassen.



5.7.4.2 Sprache

Die Anlagensteuerung LDplus kann in den Sprachen Deutsch, Englisch und Französisch bedient werden.

5.7.4.3 Einstellungen

Unter `Einstellungen` kann die Bedienung und Prozessführung der Anlagensteuerung individuell angepasst werden.

WarmUp Vakuumpumpe
Benötigte Warmlaufzeit der Vakuumpumpe, ggf. in der Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe nachschlagen. Es kann eine Warmlaufzeit von 5 Minuten bis 60 Minuten eingestellt werden.

Automatischer Phasenwechsel
Es wird nach Ablauf der vorgewählten Zeit (Zeitgeber aktiviert) automatisch in die nächste Phase gewechselt wird.

Dies gilt nur für den Phasenwechsel von:

- Gefrieren ➲ WarmUp Vakuumpumpe
- Haupttrocknen ➲ Nachtrocknen

Klick bei Tastendruck
Bei jedem Tastendruck wird ein kurzer Signalton ausgelöst.

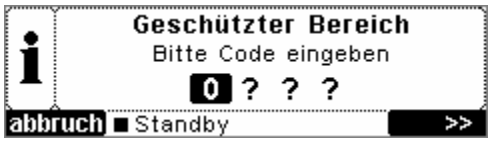
Feine Temperaturdarstellung
Temperaturen werden mit $^{1}/_{10}$°C Auflösung im Wertefenster dargestellt, ansonsten mit 1°C Auflösung.

Eiskondensator Abtauen
Benötigte Zeit zum Abtauen des Eiskondensators

5.7.4.4 Service

Das Servicemenü ist nur dem Servicetechniker vorbehalten.

Dieser Bereich ist Passwort geschützt und dem Bediener nicht zugänglich.



5.7.5. Tutorial

Startet das Tutorial zur LDplus Anlagensteuerung.

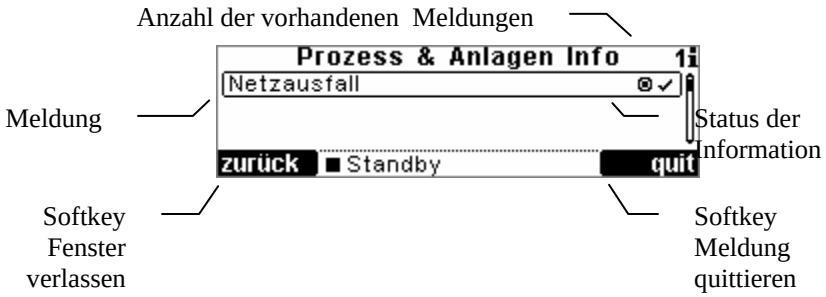
5.8. Prozess- & Anlagen Info

Fehlermeldungen sind im Kapitel „Hinweise bei Betriebsstörungen“ im Detail aufgelistet.

Das Prozess- & Anlagen Info Fenster wird aufgerufen, sobald eine neue Information von der LDplus Anlagensteuerung generiert wird. Des Weiteren kann im Hauptmenü unter `menü -> Prozess & Anlagen Info` nachgesehen werden, ob Meldungen anliegen.

Sind keine Informationen vorhanden, so wird das folgende Fenster eingeblendet.

Tritt eine Meldung auf, so ertönt ein Signalton, das Info Symbol **i** in der Statuszeile wird sichtbar und das Prozess & Anlagen Info Fenster wird aufgerufen. Befindet sich der Anwender in einem Menü, so wird das Prozess & Anlagen Info Fenster erst aufgerufen wenn das Hauptmenü verlassen wird.



5.8.1. Status der Information

Jede Information die im Prozess & Anlagen Info Fenster eingeblendet wird, erhält einen Status.

- Information vorhanden, nicht quittiert
- Information vorhanden, quittiert
- Information nicht mehr vorhanden, nicht quittiert

Sobald eine Information nicht mehr vorhanden und quittiert ist, wird die Information aus dem Prozess & Anlagen Info Fenster entfernt.

Der Signalton ertönt solange, bis alle Informationen quittiert wurden.

Um das Prozess & Anlagen Info Fenster zu verlassen müssen ebenfalls alle Informationen quittiert werden, erst dann ist der Softkey `zurück` sichtbar.

5.9. LDplus Sonderfunktionen

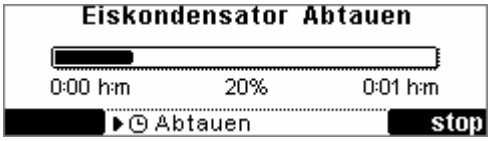
5.9.1. Eiskondensator Abtauen (optional)

Beim Abtauen wird die Eiskondensatorkammer elektrisch beheizt. Die abgestrahlte Wärme der Kammer taut das angelagerte Eis vom Eiskondensator.

Das Menü `menü -> Sonderfunktionen -> Eiskondensator Abtauen` ist zu öffnen.

Um den Eiskondensator abzutauen, muss die Anlage im Standby-Modus und vollständig belüftet sein.

Mit dem rechten Softkey `start` wird der Abtauvorgang begonnen. Das folgende Fenster erscheint. Es wird der Fortschritt des Abtauvorgangs angezeigt.



Ist die Abtauzeit abgelaufen, wird der Abtauvorgang beendet und das Fenster geschlossen.

Im Menü `menü -> Optionen -> Einstellungen -> Eiskondensator Abtauen` wird die benötigte Zeit zum Abtauen eingestellt.

5.9.2. Elektrische Hebevorrichtung (optional)

Zum Verfahren der Trocknungskammer mit der Elektrischen Hebevorrichtung ist das Menü `menü -> Sonderfunktionen -> Elektrische Hebevorrichtung` zu öffnen.

Um die Trocknungskammer zu verfahren, muss die Anlage im Standby-Modus und vollständig belüftet sein.

Die Tasten Auf ⊙ und Ab ⊙ werden zum Verfahren der Trocknungskammer benutzt.

6. Hinweise bei Betriebsstörungen

6.1. Stromausfall

Die Anlagensteuerung setzt den Prozess nach einem Stromausfall fort. Die vorgewählten Bedingungen bleiben auch beim Prozessablauf gespeichert. Die Prozesszeiten, Gesamtzeit und Abschnittszeit, werden zurückgesetzt.

Durch Stromausfall während der Trocknung kann unter Umständen die eingesetzte Charge unbrauchbar werden. Ob die Charge gerettet werden kann, hängt davon ab, in welcher Trocknungsphase sich das Produkt zur Zeit des Stromausfalls befindet.

Wir unterscheiden zunächst Haupt- und Nachtrocknung:

In der Nachtrocknung befindet sich das Gut, wenn der Restwassergehalt etwa 5 % erreicht hat. Unterhalb dieses Wertes wird das Produkt bei längerem Stromausfall allgemein nicht mehr geschädigt.

Befindet sich das Gut in der Haupttrocknung, so empfehlen wir, die Anlage zu belüften, das Gut zu entnehmen und in eine Kühltruhe umzusetzen. Vor der weiteren Inbetriebnahme muss das angetaute Kondensat abgelassen werden.

6.2. Kein ausreichendes Vakuum

Besondere Aufmerksamkeit ist den Hochvakuumventilen zu widmen. Das Ablassventil, das Mikrobelüftungsventil sowie die Gummiventile sind zu überprüfen.

Wir empfehlen nach Ziehen des Netzsteckers, die linke Seitenverkleidung der Anlage zu entfernen und dann den Schlauch im inneren des Gerätes von dem Ablassventil abzuziehen, das Schlauchende mit einem Gummistopfen zu verschließen und die Anlage evakuieren. Erreicht die Anlage nun den nötigen

Betriebsdruck, so liegt eine Undichtigkeit im Ventil vor. Dies ist auf Festsetzen von Trocknungsrückständen oder Wollteilchen der Putztücher oder Verschleiß der O-Ringe des Ventils zurückzuführen.

Um dieses zu beseitigen, empfehlen wir, die Anlage zu evakuieren und über das Ablassventil zu belüften, so dass sich evtl. festgesetzte Teilchen lösen. Ggf. müssen die O-Ringe ausgetauscht werden

Wenn sich die Undichtigkeit auf diese Weise nicht beseitigen lässt, muss das Ablassventil gereinigt oder ausgetauscht werden.

Überprüfen Sie die Deckeldichtung auf Verunreinigungen bzw. auf Beschädigungen. Gegebenenfalls reinigen bzw. austauschen.

Kontrollieren, ob der Schliffstopfen der aufsetzbaren Trocknungskammer gleichmäßig und auf die gesamte Dichtfläche verteilt mit Vakuumfett eingefettet ist.

Bei Trocknungskammern mit Anschlüssen für Gummiventile sollten die Ventile abgezogen und die Anschlüsse mit Gummistopfen verschlossen werden. Zur Überprüfung der Ventile werden diese dann nacheinander wieder angeschlossen und unter Vakuum überprüft.

Die Vakuummesssonde auf Verunreinigungen, wie z. B. Wasserrückstände, kontrollieren.

Die Vakuummesssonde besitzt prinzipbedingt nur eine begrenzte Lebensdauer (siehe auch Kapitel 7.3.1). Defekte Vakuummesssonden sind als Ersatzteil erhältlich.

Die Vakuumanzeige mit einem Vergleichsgerät (wenn vorhanden) kontrollieren.

Zur Lokalisierung einer eventuellen Undichtigkeit empfehlen wir, die Vakuummesssonde direkt an dem Saugstutzen der Vakuumpumpe anzuschließen. Erreicht die betriebswarme Vakuumpumpe einen Enddruck von mindestens 0,011 mbar, kann davon ausgegangen werden, dass die Vakuumpumpe und das Messsystem in Ordnung sind. Vermutlich liegt eine Undichtigkeit vor, sofern das ungenügende Vakuum nicht auf eine unzureichende Eiskondensatortemperatur zurückzuführen ist.

Die Ölfüllung in der Vakuumpumpe kontrollieren, evtl. verunreinigtes Öl erneuern, Druckkontrolle durchführen.

Sollte auch nach diesen Schritten die Undichtigkeit nicht bestimmt oder eingegrenzt werden können, werden alle Kleinflanschverbindungen (siehe Kapitel 4.7.2), insbesondere der Sitz der Zentrierringe, überprüft. Ein Einfetten der Dichtringe mit Hochvakuumfett ist allgemein nicht erforderlich.

Die Vakuumpumpe schaltet nicht zu:

Die Vakuumpumpe ist mit einem Schutzschalter für den Antriebsmotor ausgerüstet.

(Bitte separate Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe beachten).

Allgemein:

Die Vakuumkontrollen sollen bei tiefgekühltem Eiskondensator erfolgen.

6.3. Anlage zeigt keine Funktion

Sollte nach Betätigung des Netzschalters keine Anzeige im Display erscheinen, so sind folgende Prüfungen durchzuführen:

Ist der Netzstecker eingesteckt?

Überprüfen der bauseits sitzenden Sicherungen

Überprüfen des Sicherungsautomaten 1F1 in der Anlagenrückwand

6.4. Keine ausreichende Eiskondensatortemperatur

Die Kältemaschine ist mit einer Schutzeinrichtung gegen Überdruck im Kältesystem und einem thermischen Motorschutz ausgerüstet.

- Bei zu hohen Umgebungstemperaturen
- bei unzureichender Luftzirkulation durch den Kälteanlagenwärmetauscher
- bei Überlastung des Kältesystems

lösen die Schutzeinrichtungen aus, und die Kältemaschine wird abgeschaltet.

Werden die zulässigen Betriebsbedingungen wieder erreicht (nach einigen Minuten), schaltet die Kältemaschine über den Druckschalter oder den Motorschutzschalter selbständig wieder ein.

Die wesentlichen Störungen werden über das Prozess- & und Anlagen Info Fenster angezeigt.

Die min. Eiskondensatortemperatur von ca. -55°C bzw. -85°C wird erreicht, wenn der Eiskondensator unbelastet und die Eiskondensatorkammer evakuiert ist.

Eine ausreichende Luftzirkulation ist erforderlich. Hinter der Anlage darf nichts abgelegt werden!

6.5. Prozess- & Anlagen Info

6.5.1. Fehlermeldungen

Vakuum 6.11 mbar nicht erreicht
Dieser Fehler tritt auf, wenn der Druck in der Eiskondensatorkammer bei geöffnetem Drucksteuerventil innerhalb von 15 Minuten 6,11 mbar nicht erreicht. Dadurch wird ein Vakuumleck im System festgestellt und es wird vermieden, dass über einen längeren Zeitraum die Pumpe gegen Atmosphäre arbeitet. Das Drucksteuerventil wird geschlossen und die Vakuumpumpe abgeschaltet. Nun sollte die Störung behoben und anschließend quittiert werden. Bei Quit wird die Vakuumpumpe erneut zugeschaltet. **Ursachen:** • Mikrobelüftungsventil oder Ablassventil nicht geschlossen. • Falscher Sitz des Deckels oder der Trocknungskammer • Fehlender Schliffstopfen im Deckel oder Trocknungskammer • Defekt der Vakuumpumpe, prüfen, ob der Netzschalter der Vakuumpumpe eingeschaltet ist.
Vakuummesssonde defekt
Diese Fehlermeldung erscheint, wenn die Anlagensteuerung einen nicht gültigen Messwert der Vakuummesssonde einliest. Verbindungsleitung mit Steckverbindungen zur Vakuummesssonde prüfen, Atmosphärenabgleich der Sonde durchführen, ggf. Vakuummesssonde austauschen. **Ursachen:** • Vakuummesssonde nicht angeschlossen ist. • Heizwendel der Vakuummesssonde gebrochen
Überdruck Kälteaggregat 1
Überdruck Kälteaggregat KM1, ausgelöst über Druckschalter. Umgebungstemperatur, ausreichende Luftzirkulation des Kälteanlagenwärmetauschers und Belastung der Anlage überprüfen.
Überdruck Kälteaggregat 2
Überdruck Kälteaggregat KM2, ausgelöst über Druckschalter. Umgebungstemperatur, ausreichende Luftzirkulation des Kälteanlagenwärmetauschers und Belastung der Anlage überprüfen.
Übertemperatur Eiskondensator
Diese Fehlermeldung erscheint, wenn die Temperatur des Eiskondensators auf über +65°C ansteigt. Gleichzeitig werden alle Aggregate abgeschaltet, sofern diese in Betrieb waren, d.h. die Anlage wird automatisch in Standby überführt. Die Fehlermeldung kann beim Abtauen erfolgen, wenn die Temperatur des Eiskondensators größer +65°C erreicht. Durch das Abschalten der Kältemaschine wird sichergestellt, dass diese nicht bei unzulässig hohen Temperaturen betrieben oder gestartet wird. Die Anlage kann erst wieder in Betrieb genommen werden, wenn die

Eiskondensatortemperatur weniger als +65°C beträgt.
Temperaturmessfühler Eiskondensator defekt
Diese Fehlermeldung erscheint, wenn der Temperaturfühler nicht angeschlossen oder defekt ist. Bitte wenden Sie sich in diesem Fall an Ihren Kundenservice.
Temperaturmessfühler Abtauheizung defekt
Diese Fehlermeldung erscheint, wenn der Temperaturfühler nicht angeschlossen oder defekt ist. Bitte wenden Sie sich in diesem Fall an Ihren Kundenservice.
Netzausfall
Ein Netzausfall wird erkannt, wenn unter Betriebsbedingungen (Run-Modus) die Spannungsversorgung unterbrochen wurde. Sobald die Netzspannung wieder verfügbar ist, wird der Prozess fortgesetzt. Prozesszeiten werden zurückgesetzt auf Null. Regelsollwerte bleiben erhalten.
Werkseinstellungen geladen
Sämtliche Einstellungen wurden auf den Auslieferungszustand der Anlage zurückgesetzt. Die Werkseinstellungen werden geladen, wenn der entsprechende Menüpunkt im Servicemenü ausgeführt wurde oder ein Fehler im Parameterspeicher vorlag.
IO Kommunikationsfehler (0x20)
Fehler im IO Modul LDplus EA Bitte wenden Sie sich in diesem Fall an Ihren Kundenservice.

7. Wartung und Pflege

7.1. Eiskondensatorkammer

Vor jeder Inbetriebnahme muss dafür gesorgt werden, dass sich kein Wasser in der Eiskondensatorkammer befindet. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Es ist zu empfehlen, vor jedem Trocknungsvorgang das Ablassventil zu öffnen und wieder zu verschließen.

7.2. Wärmetauscher

Um das von der Kühlmaschine komprimierte Kältemittel abzukühlen, wird ein lamellierter Wärmetauscher eingesetzt. Dieser Wärmetauscher befindet sich auf der Geräterückseite der Anlage und muss im Abstand von einigen Monaten auf Staub- und Schmutzrückstände überprüft und wenn erforderlich, gereinigt werden. Die Reinigung des Wärmetauschers erfolgt am zweckmäßigsten durch Abbürsten und Absaugen mittels Staubsauger von außen oder durch Ausblasen mittels Pressluft vom Geräteinneren her.

Größere Verunreinigungen des Wärmetauschers führen zu einem Leistungsverlust und können einen Ausfall der Anlage verursachen!

Bitte beachten: Die Anlage darf nicht auf den Kopf gestellt werden!

7.3. Abgleich und Wartung der Vakuummesssonde VSP62

7.3.1. Wartung der Vakuummesssonde

Der Wolfram-Draht hat durch die chemische Reaktion mit Bestandteilen des umgebenden Gases eine begrenzte Lebensdauer. Insbesondere reagiert Wolfram mit Kohlenstoffen zu Wolframkarbid, der Draht wird spröde und bricht. Deshalb kann eine Verlängerung der Lebensdauer von PIRANI-Messröhren nur erreicht werden, wenn sie möglichst **nicht** mit kohlenstoffhaltigen Substanzen in Berührung kommen.

Bei einer Gefriertrocknungsanlage sollte am Ende des Trocknungsprozesses belüftet werden und das trockene Produkt entnommen werden. Anschließend wird bei offenem Ablassventil mit warmem Wasser (max. +50°C) abgetaut und die Eiskondensatorkammer trockengewischt.

Die Gefriertrocknungsanlage soll zum Abtauen **nicht** einfach bei Raumtemperatur über eine längere Zeit stehen bleiben, weil dann Reaktionen zwischen dem Wolfram-Draht und der umgebenden Atmosphäre erfolgen!

Es wird zusätzlich empfohlen nach dem Abtauen und Austrocknen die Anlage für ca. 30 Minuten bei **offenem** Gasballastventil zu evakuieren, um jegliche Restbestandteile, die mit dem Wolfram-Draht reagieren könnten, zu entfernen.

7.3.2. Austausch und Abgleich

Ein Austausch der Vakuummesssonde ist in der Regel erforderlich, wenn nach dem Belüften der Anlage nicht „Atm“, sondern „---“ im Vakuumfeld angezeigt wird und das Prozess- & Anlagen Info Fenster die Meldung „Vakuummesssonde defekt“ einblendet. Sollte die Vakuumanzeige nach erfolgter Warmlaufphase und belüfteter Anlage nicht „Atm“, sondern einen Wert kleiner gleich 900 mbar anzeigen, muss ein Abgleich der Vakuummesssonde vorgenommen werden. Die Warmlaufphase der Vakuummesssonde benötigt mindestens 5 Minuten.

7.3.2.1 Abgleich der Vakuummesssonde

An der Vakuummesssonde befinden sich zwei Taster „adj“ und „set“ zum Abgleich. Die Taster sind mit Schutzkappen versehen. Zum Abgleich muss zuvor die Schutzkappe der Taster entfernt werden. Die Taster werden mittels kleinen Stift (max.2.5mm∅) betätigt. Nach erfolgtem Abgleich werden die Schutzkappen wieder eingedrückt.

Nachjustieren auf Atmosphärendruck (Atm) und Nullpunkt ist digital über den Taster „adj“ (adjust) direkt an der Vakuummesssonde möglich. Der Messumformer erkennt automatisch, um welchen Justierpunkt es sich handelt. Beim Nullabgleich sollte der Ist-Druck kleiner $5{,}0 \times 10^{-5}$ mbar sein (Werkseinstellung), alternativ kann auf einen einstellbaren Referenzwert abgeglichen werden (siehe unten). Es wird eine Warmlaufphase vor dem Abgleich von mindestens 5 Minuten empfohlen.

Taster mit Schutzkappe zum Abgleichen der Sonde

7.3.2.2 Abgleich auf einen bestimmten Nullpunkt-Referenzwert

Hierzu muss zunächst ein Ist-Druck kleiner $1{,}0 \times 10^{-2}$ mbar anliegen. Nach Drücken der Taste „set“ wird im Istwert-Vakuumfeld der LDplus Anlagensteuerung ein Wert angezeigt, der dem momentan eingestellten Nullpunkt-Justierwert entspricht (Werkseinstellung 0,0010 mbar). Mit der Taste „adj“ kann dieser Wert nun bis max. $1{,}0 \times 10^{-2}$ mbar inkrementiert werden, danach beginnt die Ausgabe erneut bei 0,0010mbar. Ist der Nullpunkt-Justierwert dem anliegenden Nullpunkt-Referenzwert angepasst, so wird nach 5 Sekunden ohne weiteren Tastendruck der neue Nullpunkt-Referenzwert gespeichert und die Justierung ausgeführt. Ein Tastendruck auf „adj“ bei Nulldruck führt von nun an zum Abgleich auf den eingestellten Nullpunkt-Justierwert.

Bei Eingabe „set“ ohne weiteren Tastendruck wird 5 Sekunden zur Kontrolle der Nullpunkt-Justierwert ausgegeben, es erfolgt keine Justierung.

7.4. Gummiventile

Besondere Aufmerksamkeit ist den Gummiventilen zu widmen. Sollten die Gummiventile schwergängig geworden sein, müssen sie zerlegt, gereinigt, mit Vakuumfett leicht eingefettet und wieder zusammengebaut werden.

7.5. Vakuumpumpe

Zur Wartung der Vakuumpumpe bitten wir Sie, die beigefügte Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe zu beachten.

Ergänzend hierzu möchten wir auf folgende Punkte besonders hinweisen:

Der Ölstand der Vakuumpumpe muss regelmäßig am Schauglas kontrolliert werden (bei Dauerbetrieb mindestens einmal pro Woche). Fehlendes Öl ist über den Öleinlass nachzufüllen. Ein Ölverbrauch ist durch den ständigen Betrieb mit Gasballast unvermeidlich. Zum Nachfüllen siehe Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe.

Der erste Ölwechsel ist nach ca. 100 Betriebsstunden vorzunehmen. Die weiteren Ölwechselintervalle richten sich nach den Betriebsbedingungen. Allgemein ist ein Ölwechsel nach ca. 500 bis 1000 Betriebsstunden erforderlich.

Der Ölwechsel sollte grundsätzlich nur bei warmer Pumpe durchgeführt werden.

7.6. Auspufffilter

Sofern die Anlage mit einem Auspufffilter ausgerüstet ist (notwendig, wenn die Auspuffgase nicht ins Freie oder in einen Abzug geleitet werden können), so muss darauf geachtet werden, dass das Kondensat im Filter nicht zu hoch ansteigt. Über eine Ölablassschraube am Filter wird das Kondensat abgelassen.

(Bitte separate Bedienungsanleitung beachten!)

7.7. Reinigung

7.7.1. Reinigung der Gefriertrocknungsanlage

Zur Reinigung der Gefriertrocknungsanlage Seifenwasser oder andere wasserlösliche, milde Reinigungsmittel verwenden. Ätzende und aggressive Stoffe vermeiden. Keine Laugen oder scharfen Lösungsmittel, keine Mittel mit Scheuer- oder Schürfbestandteilen verwenden. Produktrückstände in der Eiskondensatorkammer mit einem Tuch entfernen. Es empfiehlt sich, den Gefriertrocknungsanlagendeckel bzw. die Trocknungskammer bei Nichtgebrauch der Gefriertrocknungsanlage zu öffnen, damit evtl. Feuchtigkeit entweichen kann.

Es sind entsprechende Vorsichtsmaßnahmen zu beachten und einzuhalten, falls die Gefahr der toxischen, radioaktiven oder pathogenen Kontamination besteht.

7.7.2. Reinigung von Zubehör

Bei der Pflege des Zubehörs müssen besondere Vorsichtsmaßregeln beachtet werden, da es sich hierbei um Maßnahmen zur Wahrung der Betriebssicherheit handelt.

Chemische Reaktionen sowie Druckkorrosion (Kombination von wechselndem Druck und chemischer Reaktion) können das Gefüge der Metalle und Kunststoffteile angreifen bzw. zerstören. Kaum nachweisbare Risse an der Oberfläche vergrößern sich und schwächen das Material, ohne deutlich sichtbare Anzeichen dafür zu hinterlassen. Bei Feststellung einer sichtbaren Gefügezerstörung an der Oberfläche, einer Rissbildung, einer Druckstelle oder einer sonstigen Veränderung, wie auch Korrosionserscheinungen, ist das betreffende Teil (Stellfläche, Gefäß, Trocknungskammer, etc.) im Interesse der eigenen Sicherheit unverzüglich auszutauschen.

Um Schäden vorzubeugen sind Lüfter, Deckeldichtung, Gefäße, Gestelle, Trocknungskammer, Stellflächen, etc. regelmäßig zu reinigen.

Die Reinigung des Zubehörs sollte außerhalb der Gefriertrocknungsanlage einmal wöchentlich, oder besser nach jedem Gebrauch erfolgen.

Es sind entsprechende Vorsichtsmaßnahmen zu beachten und einzuhalten, falls die Gefahr der toxischen, radioaktiven oder pathogenen Kontamination besteht.

Besonders Aluminiumzubehör ist stark korrosionsgefährdet. Für die Reinigung dieser Teile sollte daher besonders neutrales Reinigungsmittel benutzt werden, dessen pH-Wert zwischen 6 und 8 liegt. Alkalische Reinigungsmittel (pH > 8) sind zu vermeiden. Die Lebensdauer wird dadurch erhöht und die Korrosionsanfälligkeit wesentlich vermindert.

Eine sorgfältige Pflege durch den Benutzer verlängert die Lebensdauer und verhindert den vorzeitigen Ausfall des Zubehörs. Kommt es wegen mangelnder Pflege zu Schäden, kann beim Hersteller kein Garantieanspruch geltend gemacht werden.

7.7.3. Pflege des Belüftungsventils und des Ablassventils

Dem Belüftungsventil sowie dem Ablassventil ist besondere Aufmerksamkeit zu widmen. Sollten sich hier Rückstände aus vorangegangenen Trocknungen ablagern, so besteht die Gefahr eines nicht ordnungsgemäßen Betriebes der Gefriertrocknungsanlage. Es sollte daher darauf geachtet werden, dass kein Trockengut oder andere Rückstände zum Belüftungsventil sowie zum Ablassventil gelangen.

7.7.4. Desinfektion von Trocknungskammer, Deckel und Zubehör

Es können handelsübliche Desinfektionsmittel, wie z. B. INCIDUR, Meliseptol, Sagrotan, Buraton oder Terralin verwendet werden (über den örtlichen Laborfachhandel erhältlich).

ACHTUNG! Verträglichkeit des Deckels bzw. der Trocknungskammer prüfen; siehe auch Anlage: Chemisches Verhalten ®PLEXIGLAS.

Die Gefriertrocknungsanlagen und das Zubehör bestehen aus unterschiedlichen Materialien, eine evtl. Unverträglichkeit muss beachtet werden. Beim Autoklavieren muss die Dauertemperaturbeständigkeit der einzelnen Materialien beachtet werden. Bitte fragen Sie von Fall zu Fall bei uns an. **Bei Verwendung von Gefahrenstoffen besteht die Pflicht zur Desinfektion der Gefriertrocknungsanlage und des Zubehörs.**

7.7.5. Prüfungen durch den Benutzer

Der Benutzer hat darauf zu achten, dass zur Sicherheit beitragende, wichtige Teile der Gefriertrocknungsanlage nicht beschädigt sind.

Dies gilt besonders für:

- Deckel oder Trocknungskammer
- Dichtungen
- Ölstand Vakuumpumpe
- Zubehör, wobei besonderes Augenmerk zu richten ist auf Veränderungen wie Korrosionsbildung, Anrisse, Materialabtragung etc.

Außerdem ist eine regelmäßige Schutzleiterprüfung durchzuführen.

8. Optionen

8.1. Prozessleitsystem LPC-32, Software

Auf Anfrage.

Siehe separate Bedienungsanleitung.

8.2. Prozessleitsystem LPC-32, Software mit PC-Hardware

Auf Anfrage.

Siehe separate Bedienungsanleitung.

8.3. LyoLog LL-1 (Dokumentationssoftware)

Auf Anfrage.

Siehe separate Bedienungsanleitung.

8.4. LDplus Simulationstool (Trainingssoftware)

Auf Anfrage.

9. Anlagen

Konformitätserklärung ALPHA 1-2 LD_{plus}

Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe (nur bei Lieferung)

Bedienungsanleitung des Auspufffilters (nur bei Lieferung)

Prospekt "Labor-Gefriertrocknungsanlagen Routine Anwendung"

Zubehörprospekt "Das Zubehör für die Gefriertrocknung"

Prospekt
"Labor- und Pilot- Gefriertrocknungsanlagen Advanced Processes"

Chemisches Verhalten ®Plexiglas
(Material der Trocknungskammer bzw. der Deckel)

Sprühdesinfektionsmittel INCIDUR

(Material aller medienberührten Teile)

Rücksendeerklärung

Unbedenklichkeitsbescheinigung des Betreibers /
Dekontaminationserklärung

röhm
Degussa-Hüls Gruppe

Chemisches Verhalten

PLEXIGLAS® GS
PLEXIGLAS® XT

Die Angaben gelten für die Sorten PLEXIGLAS® GS 215, 218, 221, 222, 231, 233, 238, 240, 245, 1001 und 2458 sowie für alle PLEXIGLAS® XT Sorten, wobei die extrudierten Materialien von Lösemitteln schneller angegriffen werden.

Bei höheren Ansprüchen an die chemische Beständigkeit wird auf die Sorte PLEXIGLAS® GS 209 verwiesen.

Die Angaben beziehen sich auf 23 °C Prüftemperatur und spannungslosen Einbau.

Das Verhalten in der Praxis hängt weitgehend von der Gebrauchstemperatur ab. In Zweifelsfällen wird empfohlen, bei uns anzufragen, ob die chemische Beständigkeit für bestimmte Verwendungen ausreicht.

Die Ergebnisse aller Produkte - besonders der Markenerzeugnisse - beziehen sich auf deren jeweils geprüfte Herstellungs-Charge.

Anstrichmittel u.ä.
o Acrylglas - Farben und - Lacke
+ Ölfarben, rein
- Nitrolacke
- Verdünner, allgemein
+ aromatenfreie Benzine

Antistatikmittel:
+ HB 155
+ Antistatischer KUNSTSTOFF-REINIGER + PFLEGER

Technische Bäder:
+ Fotochemische Bäder
+ Galvanochemische Bäder

Baustoffe und Bauten-Schutzmittel:
o Heißbitumen
- Kaltbitumen
+ Gips
+ Mennige
+ Mörtel
+ Zement

Chemikalien, Lösemittel usw.
a) allgemein:
- Aceton
+ Akkumulatorensäure
+ Alaun
+ Aluminiumchlorid
+ Aluminiumoxalat

Unsere anwendungstechnische Beratung ist unverbindlich. Die Verantwortung für die Anwendung bzw. Verarbeitung unserer Produkte liegt beim Käufer, auch im Hinblick auf etwaige Schutzrechte Dritter. Technische Daten, die unsere Produkte betreffen, sind Richtwerte.

röhm
Degussa-Hüls Gruppe

+ Aluminiumsulfat
+ Ameisensäure, bis 2 %
o Ameisensäure, bis 40 %
+ Ammoniaklösung, 25 %
+ Ammoniumsulfat
- Amylacetat
- Anilin
+ Arsen
+ Arsensäure
- Benzaldehyd
+ Benzin, rein
- Benzol
- Brom
- 1-Butanol
+ Buttersäure, bis 5 %
+ Calciumchlorid
+ Calciumhypochlorid
- Chlor, flüssig
- Chlorethylether
- Chlorkohlenwasserstoffe
- Chlorphenol
o Chlorwasser
o Chromsäure
+ Cyclohexan
- Diacetonalkohol
o Diamylphthalat
+ Diethylenglykol
- Dibutylphthalat
- Dioxan
+ Eisen-II-chlorid
+ Eisen-III-chlorid
+ Eisenvitriol
o Ethanol, bis 30 %
- Ethanol, konzentriert
- Ether
- Ethylacetat
- Ethylbromid
- Ethylbutyrat
- Ethylenbromid
o Essigsäure, bis 25 %
- Essigsäure, konzentriert
+ Flußsäure, bis 20 %
+ Glycerin
+ Glykol
+ Harnsäure, bis 20 %
+ Heptan
+ Hexan
+ Jod, metallisch
+ Kalilauge
+ Kaliumbichromat
+ Kaliumcarbonat
+ Kaliumchlorid
+ Kaliumcyanid
+ Kaliumnitrat
+ Kaliumpermanganat
+ Kalkmilch
- Kresol

Unsere anwendungstechnische Beratung ist unverbindlich. Die Verantwortung für die Anwendung bzw. Verarbeitung unserer Produkte liegt beim Käufer, auch im Hinblick auf etwaige Schutzrechte Dritter. Technische Daten, die unsere Produkte betreffen, sind Richtwerte.

röhm
Degussa-Hüls Gruppe

+ Kupfersulfat
+ Mangansulfat
+ Magnesiumchlorid
+ Magnesiumsulfat
- Methylethylketon
o Methanol, bis 30 %
- Methanol, konzentriert
+ Milchsäure, bis 20 %
- Milchsäurebutylester
+ Monobromnaphthalin
+ Natriumbisulfit
+ Natriumcarbonat
+ Natriumchlorat
+ Natriumchlorid
+ Natriumhypochlorid
+ Natriumsulfat
+ Natriumsulfid
+ Natronlauge 30 %
+ Nickelsulfat
+ Oxalsäure
- Perchlorethylen
+ Petrolether
+ Petroleum
- Phenole
- Phosphor, weiß
+ Phosphorsäure, bis 50 %
- Phosphortrichlorid
+ Pikrinsäure, 1 % in Wasser
o 2-Propanol
+ Propylen
- Pyridin
+ Quecksilber
+ Salpetersäure, bis 40 %
- Salpetersäure, über 40 %
+ Salzsäure
+ Schwefel
- Schwefeldioxid, flüssig
- Schwefelkohlenstoff
+ Schwefelsäure, bis 30 %
+ Schweflige Säure, bis 5 %
o Schweflige Säure, konzentriert
+ Seifenlauge
+ Silbernitrat
- Siliciumtetrachlorid
+ Soda
- Spiritus
+ Stearinsäure
+ Sulfurylchlorid
+ Terpentinöl
+ Terpentinersatz
- Tetrachlorkohlenstoff
- Thionylchlorid
- Toluol
+ Triethylamin
- Trichloressigsäure
+ Wasserstoffperoxid, bis 30 %
+ Weinsäure, bis 50 %

Unsere anwendungstechnische Beratung ist unverbindlich. Die Verantwortung für die Anwendung bzw. Verarbeitung unserer Produkte liegt beim Käufer, auch im Hinblick auf etwaige Schutzrechte Dritter. Technische Daten, die unsere Produkte betreffen, sind Richtwerte.

röhm
Degussa-Hüls Gruppe

- Xylol
+ Zinksulfat, fest
+ Zinksulfat, wäßrig
+ Zinn-II-chlorid
+ Zitronensäure, bis 20 %

b) Markenerzeugnisse:

+ CLOPHEN® T55, A 60
o DEKALIN®
o FRIGEN® A 12 (CF_2Cl_2)
- GLYBAL® A
+ PALATINOL® K
o PALATINOL® O, BB neu
+ SANGAJOL®
+ TERAPIN®
- TETRALIN®

Desinfektionsmittel
a) allgemein:

+ Chlorkalk-Brei
- Jodtinktur, 5 %
- Karbolsäure
+ Lugolsche Lösung
- Spiritus
+ Sublimat
+ Wasserstoffperoxid, bis 40 %
o Wasserstoffperoxid, über 40 %

b) Markenerzeugnisse:

o ÄTHROL®, bis 5%
+ BAKTOLAN®, bis 5%
- BAKTOLAN®, konzentriert
+ CHINOSOL®, bis 1%
- CHLORAMIN®, Brei
+ CHLORAMIN®, Lösung
+ ELMOCID® GAMMA, bis 2%
- LYSOFORM®
+ MEFAROL®, bis 1%
+ MERCKOJOD®, bis 1%
+ MERFEN®
+ PERHYDROL®
+ PERODIN®
+ SAGROTAN®, bis 2%
o SAGROTAN®, bis 5%
o VALVANOL®, bis 2%
+ ZEPHIROL®, bis 5%

Düngemittel:

+ NITROPHOSKA®, versch. Typen

Unsere anwendungstechnische Beratung ist unverbindlich. Die Verantwortung für die Anwendung bzw. Verarbeitung unserer Produkte liegt beim Käufer, auch im Hinblick auf etwaige Schutzrechte Dritter. Technische Daten, die unsere Produkte betreffen, sind Richtwerte.

röhm
Degussa-Hüls Gruppe

Fette, Öle, Wachse:
+ mineralische
+ pflanzliche
+ tierische
o Silikonöl

Gase und Dämpfe:
+ Abgase, fluorwasserstoffhaltig
+ Abgase, salzsäurehaltig
+ Abgase, schwefelsäurehaltig
+ Ammoniak
o Bromdämpfe, trocken
o Chlordämpfe, trocken
+ Kohlendioxid
+ Kohlenmonoxid
+ Leuchtgas
+ Methan
+ Ozon
+ Sauerstoff
+ Schwefeldioxid (trocken)
+ Schwefelwasserstoff
+ Stickstoffdioxid
+ Stickstoffmonoxid

Getränke u.ä.:
+ Bier, Wein
+ Fruchtsaft, Milch, Kaffee
+ Schokolade
+ Kamillenextrakt
+ Speiseessig
o Spirituosen, bis 30 %
+ Wasser, Mineralwasser

Klebstoffe und Dichtungsmittel:
- Acrylat-Dichtmassen
o Alleskleber
+ Dichtungsstreifen und Kittbänder
(EGO-FERM®, TEROSTAT® 81/861
+ Isolierband
o PATTEX® - Spezialleim
+ PERBUNAN®
o PLEXIT®
o PLEXISOL® - Kleber
+ PLEXTOL® - Kleber
- Polyurethan-Dichtmassen
o Silikonkautschuk
- Thiokolkautschuk
(ein- und zweikomponentig)

Körper- und Schönheitspflege:
+ DIPLONA® - Haaröl
+ Gesichtstonik
+ Glyzerin
+ Haarfestiger (PRIMAWELL®)
- Kampfer

Unsere anwendungstechnische Beratung ist unverbindlich. Die Verantwortung für die Anwendung bzw. Verarbeitung unserer Produkte liegt beim Käufer, auch im Hinblick auf etwaige Schutzrechte Dritter. Technische Daten, die unsere Produkte betreffen, sind Richtwerte.

röhm
Degussa-Hüls Gruppe

+ Meerwasser
+ Moorwasser
- Nagellacke
- Nagellackentferner
+ POLYCOLOR®
+ Salben
+ Seifen
o Sprays

Kunststoffe:
+ Gummi
- Gummi, weichmacherhaltig
+ Polyamid
+ Polyethylen
+ PVC
- PVC, weichmacherhaltig
+ Schaumstoffe
- Schaumstoffe, weichmacherhaltig

Lebensmittel und Gewürze:
+ Anis, Lorbeer, Muskat
+ Bienenhonig, rein
+ Fleisch, Fisch
+ Kochsalz
+ Marinaden
- Nelken
+ Pfeffer, Zimt, Zwiebel
+ Speiseeis

Reinigungsmittel
a) allgemein:
o Alkohol, bis 30 %
- Alkohol, konzentriert
+ Benzin, rein
- Benzingemisch, aromatenhaltig
+ Bleichwasser
- Fleckenwasser Laugen (siehe unter Chemikalien)
- Perchlorethylen
+ Petrolether
+ Petroleum
+ Salmiakgeist
Säuren (siehe unter Chemikalien)
+ Seifenwasser
+ Sodawasser
- Spiritus
+ Terpentinöl
+ Terpentinersatz
- Tetrachlorkohlenstoff
- Tri

b) Markenerzeugnisse:
+ AJAX®
+ BFK-Reiniger®
o BOLIMENT®
+ BÖTTCHERIN®
+ BURMAT®

Unsere anwendungstechnische Beratung ist unverbindlich. Die Verantwortung für die Anwendung bzw. Verarbeitung unserer Produkte liegt beim Käufer, auch im Hinblick auf etwaige Schutzrechte Dritter. Technische Daten, die unsere Produkte betreffen, sind Richtwerte.

röhm
Degussa-Hüls Gruppe

+ BURNUS®
+ CILLIT-GRÜN®
+ DOR®
+ DOSYL
+ DOSYLAN®
+ FAKO® - Poliermittel
+ FAKO® - Polierpaste
+ FEWA®
+ FRAPPIN®
+ FÜLLBOX
+ Antistatischer KUNSTSTOFFREINIGER + PFLEGER
+ LAVAPLEX®
+ NULL-NULL®
+ PERSIL®
+ PLEXIKLAR®
+ PRIL®
+ REI®
+ SEIFIX®
- SIDOLIN®
- SPECTROL®
+ SPÜLI®
+ WC-00®

c) Reiniger für Rohrleitungen und Behälter:
+ CALGONIT® D, DA, S
+ NEOMOSCAN® M, -M-Pulver
+ NITROKLAR® GR - flüssig
+ NITROKLAR® GR - Pulver
+ P 3®
o P 3® - Grundreiniger
+ P3® - dix

Schädlingsbekämpfungsmittel:
- Sprays, (direkt aufgesprüht)
o Sprays (in der Umgebung)
o wäßrige Lösungen von Schädlingsbekämpfungsmitteln
+ NEXION® - Stallspritzmittel
+ RABOND® - Stallspritzmitlel

Schutzüberzüge (ablösbar)
+ DIEGEL® - Flüssigfolie 23922
+ KOPPERSCHMIDT® - Abdeckpaste
o SPRAYLAT®

Sonstiges:
o Diesel-Motor-Kraftstoffe
- Otto-Motor-Kraftstoffe
+ Urin

röhm
Degussa-Hüls Gruppe

Die Zeichen bedeuten:

+ = beständig
o = bedingt beständig
– = nicht beständig

Anmerkung:
Bei den in den jeweiligen Rubriken b) aufgeführten, insbesondere mit ® gekennzeichneten Handelsprodukten bezieht sich unser Prüfergebnis auf eine einmalige Untersuchung. Herstellerbedingte Rezepturveränderungen können die Produkteigenschaften beeinflussen.

Unsere anwendungstechnische Beratung ist unverbindlich. Die Verantwortung für die Anwendung bzw. Verarbeitung unserer Produkte liegt beim Käufer, auch im Hinblick auf etwaige Schutzrechte Dritter. Technische Daten, die unsere Produkte betreffen, sind Richtwerte. Änderungen vorbehalten.

® = registrierte Marke

PLEXIGLAS = registrierte Marke der Röhm GmbH, Darmstadt

Sicherheitsdatenblatt gemäß 91/155/EWG - ISO 11014-1

Incidur

1. Produkt- und Firmenbezeichnung

Bezeichnung des Produktes:
Incidur
Flächendesinfektionsmittel für medizinisches Inventar
und andere abwaschbare Oberflächen
Medical Devices class IIa

Firmenbezeichnung:
Ecolab Deutschland GmbH, Postfach 130406,
40554 Düsseldorf, Tel.: 0211/9893-0

Für Notfälle steht Ihnen die Henkel-Werkfeuerwehr unter der Telefon-Nr. ++49-(0)211-797-3350 Tag und Nacht zur Verfügung.

2. Zusammensetzung / Angaben zu den Bestandteilen

Inhaltsstoffangaben (gemäß EG-Empfehlung 89/542):
5 - 15 %: anionische Tenside,
unter 5 %: nichtionische Tenside,

Weitere Inhaltsstoffe: Antimikrobielle Wirkstoffe, Reinigungsverstärker, Komplexbildner, Farb- und Duftstoffe

Inhaltsstoffangaben:

8,8 %	Glyoxal	
	Symbol:	Xn
	R-Satz:	20-36/38-43-68
	EINECS:	203-474-9
4,5 %	Glutaraldehyd	
	Symbol:	T,N
	R-Satz:	23/25-34-42/43-50
	EINECS:	203-856-5
1 - 5 %	Fettalkoholethoxylat	
	Symbol:	Xn
	R-Satz:	22-41
	EINECS:	Polymer
5 -15 %	Alkylbenzolsulfonat	
	Symbol:	Xi
	R-Satz:	38-41
	EINECS:	270-115-0

3. Mögliche Gefahren des Produktes

Xn gesundheitsschädlich
R 37/38: Reizt die Atmungsorgane und die Haut
R 41: Gefahr ernster Augenschäden
R 42/43: Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich R 68/20/22: Gesundheitsschädlich, Möglichkeit irreversiblen Schadens durch Einatmen und durch Verschlucken.

4. Erste-Hilfe-Maßnahmen

nach Einatmen:
Frische Luft, bei anhaltenden Beschwerden Arzt aufsuchen.

nach Hautkontakt:
Spülung unter fließendem Wasser. Mit Produkt verunreinigte Kleidungsstücke entfernen. Ggf. Hautarzt aufsuchen.

nach Augenkontakt:
Sofortige Spülung unter fließendem Wasser (10 Minuten lang), Facharzt aufsuchen.

nach Verschlucken:
Spülung der Mundhöhle. Trinken von 1-2 Gläsern Wasser (keine Milch!). Arzt konsultieren.

5. Maßnahmen zur Brandbekämpfung

Geeignete Löschmittel:
alle gebräuchlichen Löschmittel geeignet

Aus Sicherheitsgründen ungeeignete Löschmittel:
keine bekannt

Besondere Gefährdungen durch das Produkt selbst, seine Verbrennungsprodukte oder die entstehenden Gase:
keine bekannt

Besondere Schutzausrüstung bei der Brandbekämpfung:
Umgebungsluftunabhängigen Atemschutz tragen.

6. Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung

Personenbezogene Vorsichtsmaßnahmen:
Berührung mit den Augen und der Haut vermeiden.
Für ausreichende Belüftung sorgen.

Umweltschutzmaßnahmen:
Größere Mengen nicht in die Kanalisation gelangen lassen.

Verfahren zur Reinigung/Aufnahme:
mechanisch aufnehmen. Reste mit viel Wasser wegspülen.

Zusätzliche Hinweise:
Kleinere Mengen mit viel Wasser verdünnen und wegspülen.

7. Handhabung und Lagerung

Handhabung:
keine besonderen Maßnahmen erforderlich

Lagerung:
Nur in Originalbehälter aufbewahren.
Bei Temperaturen nicht über 25°C lagern

Lagerklasse: VCI-Lagerklasse: 10

8. Expositionsbegrenzung und persönliche Schutzausrüstung

Zusätzliche Hinweise zur Gestaltung technischer Anlagen:
Keine besonderen Maßnahmen erforderlich.

Bestandteile mit arbeitsplatzbezogenen zu überwachenden Grenzwerten:
Das Produkt enthält Glutaraldehyd, CAS-Nr.: 111-30-8. Für diesen Stoff ist in der TRGS 900 ein Arbeitsplatzgrenzwert (MAK) von 0,1 ppm = 0,4 mg/m3 vorgeschrieben. (Spitzenbegrenzung Kategorie =1=)
Gesundheitsgefahr bei Überschreitung des MAK-Wertes möglich.

Persönliche Schutzausrüstung:
Hautverschmutzungen mit viel Wasser und Seife abwaschen, Hautpflege;
In den Unfallverhütungsvorschriften (UVV "Gesundheitsdienst"), GUV 8.1 der BUK und BGV C8 der BGW, ist in §7 die erforderliche Schutzkleidung für Reinigungs- und Desinfektionsmaßnahmen geregelt.

Atemschutz:	bei der Verarbeitung großer Mengen
Handschutz:	Chemikalienschutzhandschuhe aus Butylkautschuk oder Nitrilkautschuk der Kategorie III gemäß EN 374. Beachten Sie die Angaben des Handschuhherstellers zu Durchlässigkeiten und Durchbruchzeiten und die besonderen Bedingungen am Arbeitsplatz.
Augenschutz:	dicht schließende Schutzbrille

9. Physikalische und chemische Eigenschaften

Form:	Flüssigkeit
Farbe:	grün
Geruch:	aldehydisch
pH-Wert:	(unverdünnt) (20°C) ca. 4,5
Kältetrübungspunkt (Cloudpoint):	< 0 °C
Klarpunkt:	> 0 °C
Flammpunkt:	>100°C DIN 51758/ISO 2719 (Pensky-Martens)
Relative Dichte:	(20°C) 1,09 g/cm3
Löslichkeit:	(20°C) löslich in Wasser
Viskosität:	(20°C) ca. 15 mPa.s Höppler

10. Stabilität und Reaktivität

Zu vermeidende Bedingungen:
keine Zersetzung bei bestimmungsgemäßer Verwendung

Zu vermeidende Stoffe:
keine bekannt bei bestimmungsgemäßer Verwendung

Gefährliche Zersetzungsprodukte:
keine bei bestimmungsgemäßer Verwendung keine bekannt

11. Angaben zur Toxikologie

Irreversibler Schaden möglich.

Einatmen:
Gesundheitsschädlich beim Einatmen
Reizt die Atmungsorgane

Verschlucken:
Gesundheitsschädlich beim Verschlucken

Hautkontakt:
Das Produkt reizt die Haut und Schleimhäute.
Sensibilisierung durch Einatmen möglich Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich

Augenkontakt:
Gefahr ernster Augenschäden

12. Angaben zur Ökologie

Persistenz und Abbaubarkeit:
Die im Produkt enthaltenen Tenside sind entsprechend den Anforderungen der Tensidverordnung (TensV) vom 04.06.1986 zum Wasch- und Reinigungsmittelgesetz (WRMG) durchschnittlich zu mindestens 90% biologisch abbaubar.

13. Hinweise zur Entsorgung

Füllgutreste nach Möglichkeit bestimmungsgemäß verbrauchen.
Die EAK-Abfallschlüssel sind herkunftsbezogen. Der Hersteller kann daher für die Artikel bzw. Produkte, die in unterschiedlichen Branchen Anwendung finden, keinen Abfallschlüssel angeben.
In Einzelfällen beraten wir Sie gerne.
Kann nach vollständiger Entleerung der Wertstoffsammlung beigefügt werden.

14. Angaben zum Transport

Kein Gefahrgut im Sinne RID/ADR, GGVS/GGVE, ADNR, IMDG, ICAO-TI/IATA-DGR

15. Vorschriften

Einstufung und Kennzeichnung:

Gefahrensymbole:
Xn gesundheitsschädlich

Gefahrenauslöser:
Glutaral (Glutaraldehyd), Glyoxal

R-Sätze:
R 37/38: Reizt die Atmungsorgane und die Haut
R 41: Gefahr ernster Augenschäden
R 42/43: Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich
R 68/20/22: Gesundheitsschädlich, Möglichkeit irreversiblen Schadens durch Einatmen und durch Verschlucken.

S-Sätze:
S 2: Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen.
S 23: Aerosol nicht einatmen.
S 26: Bei Berührung mit den Augen sofort gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren.
S 36/37/39: Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung, Schutzhandschuhe und Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen.
S 45: Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen (wenn möglich, dieses Etikett vorzeigen).

Nationale Vorschriften:
WGK = 2, wassergefährdendes Produkt. Einstufung nach der Mischungsregel VwVwS 17. Mai 1999.

16. Sonstige Angaben

Die Angaben stützen sich auf den heutigen Stand unserer Kenntnisse und beziehen sich auf das Produkt im Anlieferungszustand. Sie sollen unsere Produkte im Hinblick auf Sicherheitserfordernisse beschreiben und haben somit nicht die Bedeutung, bestimmte Eigenschaften zuzusichern.
Vollständiger Wortlaut der R-Sätze, die im vorliegenden Sicherheitsdatenblatt als Kürzel aufgeführt wurden. Die Kennzeichnung des Produktes ist in Kapitel 15 aufgeführt.
R 20: Gesundheitsschädlich beim Einatmen.
R 22: Gesundheitsschädlich beim Verschlucken.
R 23/25: Giftig beim Einatmen und Verschlucken.
R 34: Verursacht Verätzungen
R 36/38: Reizt die Augen und die Haut.
R 38: Reizt die Haut
R 41: Gefahr ernster Augenschäden
R 42/43: Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich:
R 43: Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich.
R 50/53: Sehr giftig für Wasserorganismen, kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben.
R 68: Irreversibler Schaden möglich.

Dekontaminationserklärung / Rücksendeerklärung

Beiliegende Erklärungen dienen der Arbeitssicherheit und Gesunderhaltung unserer Angestellten. Fügen Sie die Formblätter ausgefüllt bei Rücksendung von Gefriertrocknungsanlagen, Zentrifugen, Ersatzteilen und Zubehör bei. Bitte haben Sie Verständnis dafür, daß wir die Arbeiten nur beginnen können, wenn die Erklärungen vorliegen. (Wir empfehlen, diese Seiten mehrfach zu kopieren.)

!!! Achtung - Dieses Formular muß von außen an die Verpackung geklebt werden !!!

Rücksendeerklärung

	JA	NEIN
Dekontaminationserklärung liegt bei :		
Anlage / Komponente verunreinigt :		
Anlage / Komponente ungebraucht :		

!!! Achtung - Dieses Formular muß von außen an die Verpackung geklebt werden !!!

Unbedenklichkeitsbescheinigung des Betreibers

Über die Kontamination von Gefriertrocknungsanlagen, Vakuumkonzentratoren, Zentrifugen, Zubehör und Vakuumpumpen.

Diese Erklärung darf nur von autorisiertem Fachpersonal ausgefüllt und abgezeichnet werden.

Reparaturauftrag vom : _____

Auftrags Nr. : _____

Anlagetyp : _____ Fabrik-Nr. : _____
Anlagetyp : _____ Fabrik-Nr. : _____
Anlagetyp : _____ Fabrik-Nr. : _____
Anlagetyp : _____ Fabrik-Nr. : _____

Zubehörkomponenten : _____

_____

Sind die genannten Geräte frei von Schadstoffen ? JA O Nein O

Wenn nein, mit welchen Schadstoffen sind die genannten Geräte in Berührung gekommen.

Namen der Stoffe : _____

_____

Bemerkung : _____

(z.B.: Handschuhe benutzen) _____

Generelle Stoffeigenschaft :

Ätzend	O	Toxisch	O
Korrosiv	O	Explosiv	O
Biologisch Gefährlich	O	Radioaktiv	O

In Kombination mit welchen Stoffen können sich gefährliche Gemische bilden ?

Namen der Stoffe : _____

_____

Wurden die Geräte vor dem Versand gereinigt ? JA O Nein O

Sind die Anlagen einwandfrei dekontaminiert und nicht mehr gesundheitsgefährdent ?
JA O Nein O

Radioaktiv kontaminierte Komponenten müssen vor der Reparatur entsprechend den geltenden Strahlenschutzvorschriften dekontaminiert werden !

Rechtsverbindliche Erklärung

Hiermit versichere (n) ich / wir, daß die Angaben in dieser Erklärung korrekt und vollständig sind.

Firma / Institut : _____
Straße : _____
PLZ, Ort : _____
Tel.: _____ FAX : _____
Name : _____

Datum : _____ Firmenstempel :

Unterschrift : _____ _____

Formblatt Unbedenklichkeitserklärung			Unbedenk-deu.doc
Erstellt: Dieckmann	Genehmigt: Dr. Seeringer	Datum: 13.07.99	Rev.: 2 vom 08.11.1999

10. Sonderfunktionen